



Titre: Amélioration du procédé RTM par l'optimisation des paramètres d'injection
Title:

Auteur: Jean Sébastien Leclerc
Author:

Date: 2007

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Leclerc, J. S. (2007). Amélioration du procédé RTM par l'optimisation des paramètres d'injection [Master's thesis, École Polytechnique de Montréal].
Citation: PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/8090/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/8090/>
PolyPublie URL:

Directeurs de recherche:
Advisors:

Programme: Unspecified
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

AMÉLIORATION DU PROCÉDÉ RTM
PAR L'OPTIMISATION DES PARAMÈTRES D'INJECTION

JEAN SÉBASTIEN LECLERC
DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE MÉCANIQUE)

DÉCEMBRE 2007



Library and
Archives Canada

Bibliothèque et
Archives Canada

Published Heritage
Branch

Direction du
Patrimoine de l'édition

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence

ISBN: 978-0-494-36921-0

Our file Notre référence

ISBN: 978-0-494-36921-0

NOTICE:

The author has granted a non-exclusive license allowing Library and Archives Canada to reproduce, publish, archive, preserve, conserve, communicate to the public by telecommunication or on the Internet, loan, distribute and sell theses worldwide, for commercial or non-commercial purposes, in microform, paper, electronic and/or any other formats.

The author retains copyright ownership and moral rights in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

AVIS:

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque et Archives Canada de reproduire, publier, archiver, sauvegarder, conserver, transmettre au public par télécommunication ou par l'Internet, prêter, distribuer et vendre des thèses partout dans le monde, à des fins commerciales ou autres, sur support microforme, papier, électronique et/ou autres formats.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur et des droits moraux qui protègent cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

In compliance with the Canadian Privacy Act some supporting forms may have been removed from this thesis.

Conformément à la loi canadienne sur la protection de la vie privée, quelques formulaires secondaires ont été enlevés de cette thèse.

While these forms may be included in the document page count, their removal does not represent any loss of content from the thesis.

Bien que ces formulaires aient inclus dans la pagination, il n'y aura aucun contenu manquant.

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

AMÉLIORATION DU PROCÉDÉ RTM
PAR L'OPTIMISATION DES PARAMÈTRES D'INJECTION

présenté par : LECLERC Jean Sébastien

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M.TROCHU François, Ph.D, président

M. RUIZ Eduardo Antonio Julian, Ph.D, membre et directeur de recherche

M.BEAULIEU Pierre, M.Eng, membre

À mes parents qui m'ont montré la satisfaction
du travail bien fait et de son éthique.

À leur amour et l'oreille attentive qu'ils ont toujours su porter
dans les moments les plus difficiles.

À leur confiance en moi et leur persévérance à me faire repousser les limites,
ce mémoire vous est dédié.

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier mon directeur de recherche Eduardo Ruiz pour ses judicieux conseils, son support, son aide et pour la confiance qu'il a manifestée envers un jeune bachelier en génie mécanique fasciné par le domaine des matériaux composites.

Je tiens à remercier la Chaire en Composites Haute Performance (CCHP) de l'École Polytechnique de Montréal pour son soutien financier et technique, le département de Génie Mécanique de l'école Polytechnique de Montréal, le Centre en Recherche en Plasturgie et Composite (CREPEC) pour son soutien technique et General Motors du Canada pour son soutien financier.

Je tiens également à remercier toutes les personnes qui ont collaboré avec moi, spécialement Paul Meunier, étudiant français qui a travaillé comme stagiaire au CCHP durant la session d'automne 2006.

Des remerciements vont aussi à Monsieur John Owens du Centre de Recherche et Développement de General Motors situé à Détroit, Michigan, pour son accueil et son hospitalité lors de mon passage comme invité au Centre, à l'été 2006.

Mes remerciements vont aussi à l'endroit de François Trochu et Pierre Beaulieu pour avoir accepté d'être membres de mon jury.

RÉSUMÉ

Le moulage par transfert de résine (LCM) regroupe un grand nombre de techniques de mise en forme des composites à matrice polymérique. Le LCM, ou plus précisément le Moulage par Transfert de Résine (RTM), est maintenant reconnu comme une méthode efficace de mise en forme des matériaux composites dans plusieurs secteurs d'activité commerciale et a démontré son efficacité pour des séries de production de bas à moyen volume. Afin d'améliorer les performances de ces procédés, plus de connaissances entourant le phénomène d'imprégnation sont requises. La pression d'injection est une variable non-négligeable et domine le phénomène d'imprégnation des fibres.

Les objectifs de ce mémoire consistent à étudier le phénomène d'imprégnation du renfort fibreux et à analyser l'influence des paramètres d'injection appliquée au procédé RTM. Il a été observé que la vitesse locale de la résine lors de l'imprégnation d'un milieu poreux est la clé, afin de minimiser la formation de vides et ainsi, maximiser les propriétés mécaniques de la pièce fabriquée. La formation de vides emprisonnés autour ou à l'intérieur des filaments qui composent le renfort est fonction de paramètres tels la pression capillaire de la résine, la porosité de la fibre utilisée et la vitesse locale du fluide. La formation de vides peut ainsi être reliée à la vitesse d'écoulement de la résine et à sa pression. De cette relation, il peut être observé qu'une vitesse optimale de la résine minimise la formation de vides microscopiques et macroscopiques durant

l'imprégnation du renfort fibreux et permet l'obtention de propriétés mécaniques maximales.

Une analyse expérimentale fut réalisée sur différents types de renforts fibreux afin de démontrer l'existence d'une vitesse optimale d'imprégnation du renfort. Des injections à débit et à pression constante ont été réalisées afin de relier l'effet des paramètres d'injection sur la formation des vides microscopiques et macroscopiques et d'évaluer l'impact que ces vides ont sur les propriétés mécaniques.

ABSTRACT

Liquid Composite Molding (LCM) regroups a number of well known manufacturing techniques of polymer composites based on resin injection through fibrous reinforcements. LCM processes such as RTM (Resin Transfer Molding) have been increasingly used to manufacture parts for a wide range of industrial applications and were shown to be cost-effective in the low to medium range of volume production. To improve the performance of these processes, more scientific knowledge of the impregnation phenomena is required. In LCM processing, injection pressure dominates the impregnation of the fibers. It was recently observed that the local resin velocity is key for proper impregnation of the fibrous reinforcement. From this observation, mechanical properties of composites are highly dependent of void content since voids are sites of residual stresses. Formation of macro/micro voids entrapped between or within the fiber tows is a function of the capillary pressure of the resin, the porosity of the fiber bed and the local fluid velocity. An optimum resin velocity exists so as to minimize the content of macro and micro voids during resin impregnation.

Presented in this thesis, an experimental analysis is carried out on different types of fibrous reinforcements to identify the optimal impregnation velocity. Experimental injections were carried out at constant flow rate and constant pressure. The content of

macro/micro voids was related to the local capillary number and also their presence was also studied to measure their effects on mechanical properties of the composite.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE.....	iv
REMERCIEMENTS	v
RÉSUMÉ	vi
ABSTRACT.....	viii
TABLE DES MATIÈRES	x
LISTE DES TABLEAUX.....	xiii
LISTE DES FIGURES.....	xiv
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATION.....	xix
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 CRITIQUE DE LA LITTÉRATURE.....	3
1.1 Quelques chiffres.....	3
1.2 Introduction aux matériaux composites.....	6
1.3 Le moulage par transfert de résine (RTM).....	8
1.4 Les renforts fibreux	10
1.5 Phénomènes entourant l'imprégnation d'un renfort fibreux	12
1.6 Objectifs de la recherche	15
1.7 Organisation du mémoire	15

Références	17
CHAPITRE 2 ARTICLE 1: POROSITY REDUCTION USING OPTIMIZED FLOW VELOCITY IN RESIN TRANSFER MOLDING PART I: SELECTING THE PROPER INJECTION CONDITIONS.....	18
2.1 Abstract	19
2.2 Introduction	21
2.3 Void formation mechanisms	24
2.4 Materials and manufacturing conditions	26
2.5 Void content measurement.....	29
2.6 First plan of experiments: injections at constant flow rate.....	31
2.7 Second plan of experiments: injections at constant pressure with the Chomarat Roviply fabric.....	33
2.8 Third plan of experiments: injections at constant pressure with the Rovcloth 2454 fabric	38
2.8 Test cases.....	40
2.9 Conclusions	43
2.10 Acknowledgements.....	45
2.11 References.....	46
2.12 Tables.....	51

CHAPITRE 3 ARTICLE 2: POROSITY REDUCTION USING OPTIMIZED FLOW VELOCITY IN RESIN TRANSFER MOLDING PART II: VOIDS AND MECHANICAL PROPERTIES	74
3.1 Abstract	75
3.2 Introduction	77
3.3 Materials and manufacturing conditions	79
3.4 Void content measurements	80
3.5 Tensile properties	81
3.6 Analysis of results	82
3.7 Modeling the elastic properties	85
3.8 Conclusion.....	87
3.9 Acknowledgements	89
3.10 References.....	90
3.11 Tables.....	92
CHAPITRE 4 DISCUSSION GÉNÉRALE.....	105
4.1 Discussion générale	105
CONCLUSION	108
ANNEXE	110

LISTE DES TABLEAUX

Table 2.1. First set of experiments carried out at constant flow rate with three different reinforcements.....	51
Table 2.2. Second set of experiments carried out at constant injection pressure with the Chomarat Roviply.....	51
Table 2.3. Third set of experiments carried out at constant injection pressure with the FGI Rovcloth 2454.....	52
Table 3.1. Experiments carried out at constant injection pressure with the FGI Rovcloth 2454.....	92
Table 3.2. Parameters of equations 2 and 3.	92

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 (a)Airbus A350 et (b) Boeing 787 Dreamliner.....	4
Figure 1.2 Bell Helicopter M429.	5
Figure 1.3 Le procédé RTM.....	9
Figure 1.4 Type de renforts fibreux.....	10
Figure 1.5 Les renforts tissés ont deux niveaux de porosité, une macroscopique (a) et une microscopique (b) ⁷	14
Figure 2.1 Fibrous reinforcements possess the structure of a dual scale porous medium: a) macroscopic voids can be observed between fiber tows; and b) microscopic voids exist between filaments.(a) and (b) were extracted with permission from [12]....	53
Figure 2.2 Impregnation mechanisms in a dual scale porous medium: (a) formation of macroscopic voids due to capillary forces (low resin velocity); (b) formation of microscopic voids due to viscous forces (high resin velocity).	54
Figure 2.3 Macroscopic and microscopic void formation during fiber impregnation related to the flow velocity and capillary number (Ca). An optimum Ca corresponds to minimum void.	55
Figure 2.4 Schematic view of the heated RTM mold used to manufacture composite plates under controlled conditions.	56
Figure 2.5 Schematical representation of the injection mold used to manufacture the composite plates. The resin impregnates the fibers in a unidirectional way.....	57
Figure 2.6 Picture of the mono-filament mat Unifilo U101 from Vetrotex.	58
Figure 2.7 Picture of the JB Martin NCS (no crimp-stitch) 82620 fabric.....	58

Figure 2.8	Picture of the Fiber Glass Industries Rovcloth 2454 woven fabric.	59
Figure 2.9	Picture of the Chomarat Roviply multi-axial non-crimped LIBA stitch bonded fabric.....	59
Figure 2.10	Location of the specimen taken along the resin flow direction to evaluate void content in plates manufactured at different injection pressures and flow rates.	60
Figure 2.11	Distribution of void content along the length for a Unifilo U101/epoxy RTM composite sample injected at different flow rates.	61
Figure 2.12	Measured void contents for the three reinforcements tested in the first plan of experiments. Injections were carried out at constant flow rates at 150°C.	62
Figure 2.13	Void content as a function of capillary number for the reinforcements of the first plan of experiments. An optimal Ca can be observed for the Unifilo U101 resulting in a minimum percent of voids.....	63
Figure 2.14	Void formation along the flow direction for an injection at constant pressure. The void content increases exponentially from the injection port (sample 1) to the vent (sample 3).	64
Figure 2.15	Void content along the length of the sample for injections at different constant pressures. The 20 and 30 Psi injections result in higher void content than the injection at 45 Psi.	65
Figure 2.16	Calculated velocities of the resin front for the three constant injection pressures considered (20, 30 and 45 Psi). Darcy's law (equation 5) has been used to calculate the flow front velocity along the length of the composite plates.	66

Figure 2.17	Void formation model obtained from experimental void contents (Figure 2.15) and numerical resin velocities (Figure 2.16). An optimum impregnation velocity of 0.0075m/s gives the minimum void content.	67
Figure 2.18	Numerical predictions of void formation for the plates manufactured in the second plan of experiments. The model of Figure 2.17 has been coupled to Darcy's law (equation 5).	68
Figure 2.19	Distribution of void content along the length of the samples for the third plan of experiments. Injections at different constant pressures show two types of behavior, one below 10 Psi and one above 20 Psi.	69
Figure 2.20	Void formation model obtained from the third plan of experiments. An optimum impregnation velocity of 2E-2m/s is found for minimum void content.	70
Figure 2.21	Voids formation at different temperature as a function of Ca for the Rovcloth 2454	71
Figure 2.22	Comparison of void distribution between injections at constant pressure and constant flow rate for the Chomarat Rovipty reinforcement. A filling time of around 70 seconds was obtained for both injections.	72
Figure 2.23	Comparison of void distribution between an injection at constant pressure and an injection at constant flow rate for the FGI-Rovcloth 2454 fabric. A filling time around one minute was obtained for both injections.	73
Figure 3.1.	Position of specimens taken along the resin flow direction to evaluate void content and mechanical properties	93

Figure 3.2. Variation of tensile modulus along the length for plates manufactured at different injection pressures.	94
Figure 3.3. Distribution of void content and tensile modulus along the length of a RTM plate injected at 5 Psi.	95
Figure 3.4. Distribution of void content and tensile modulus along the length of a RTM plate injected at 10 Psi.	96
Figure 3.5. Distribution of void content and tensile modulus along the length of a RTM plate injected at 20 Psi.	97
Figure 3.6. Distribution of void content as a function of impregnation velocity. An optimum impregnation velocity (around $2\text{E-}2\text{m/s}$) minimizes the formation of macro and micro voids in the part.	98
Figure 3.7. Variation in tensile modulus as a function of impregnation velocity. An optimum impregnation velocity exists (around $2\text{E-}2\text{ m/s}$) so that tensile modulus is maximized.	99
Figure 3.8. Variation in tensile strength as a function of the impregnation velocity. An optimum impregnation velocity exists (around $1.7\text{E-}2\text{ m/s}$) so that tensile strength is maximized.	100
Figure 3.9. Relationship between tensile modulus and void content for plates manufactured at 3 different injection pressures.	101
Figure 3.10. Relationship between tensile strength and void content for plates manufactured at 3 different injection pressures.	102

Figure 3.11. Comparison of predicted and measured diminution of tensile modulus EE_0 as a function of void content. Data have been treated according to macro and micro voids as defined in Figures 3.6 and 3.7.....	103
Figure 3.12. Comparison of predicted and measured diminution of tensile strength $\sigma\sigma_0$ as a function of void content. Data have been treated according to macro and micro voids as defined in Figure 3.6 and 3.8.	104

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATION

SIGLES

Ca	Nombre capillaire (Ca)
K	Constante de perméabilité (m^2)
∇P	Gradient de pression (Pa)
P_{inj}	Pression d'injection (Pa)
\bar{v}_{front}	Vitesse du front de résine (m/s)
X_f	Position du front de résine (m)
ϕ	Porosité du milieu (%)
γ	Tension de surface à l'interface air/résine (mN/m)
μ	Viscosité (Pa*s)
v	Vitesse du fluide (m/s)

ABRÉVIATIONS

LCM:	Moulage par injection de résine sur renfort fibreux (Liquid Composite Moulding)
RTM	Moulage par transfert de résine (Resin Transfer Moulding)
ASTM	American Society for Testing and Materials

INTRODUCTION

Au cours des dernières années, les matériaux composites ont connu une popularité et une croissance continue dans leur secteur d'activités. Cette popularité grandissante est due à des raisons technologiques, économiques et environnementales. Aujourd'hui, les matériaux composites sont utilisés dans plusieurs secteurs industriels tels l'aéronautique, l'automobile, la biomédecine et les constructions routières. Les matériaux composites permettent de concevoir et fabriquer avec un minimum de compromis. La combinaison de plusieurs types de matériaux et de renforts ouvre la porte à une optimisation de la construction qui répond exactement aux spécifications désirées : à la fois mince et rigide, souple et résistant.

Plusieurs techniques de mise en forme des composites existent et ont été mises au point au cours des dernières décennies, largement propulsées par le secteur de l'aérospatial. Les techniques de moulage par transfert de résine (LCM) font partie des méthodes de fabrication utilisées par différents secteurs pour produire des pièces de haute qualité. Le LCM (*Liquid Composites Moulding*) regroupe plusieurs techniques dont le RTM. La méthode de mise en forme RTM consiste à injecter une résine à pression ou à débit contrôlé dans un moule fermé à paroi rigide contenant un renfort qui aura été préalablement placé avant la fermeture du moule. Durant la phase d'injection, la résine

liquide imprègne le renfort fibreux de type mat aléatoire ou tissu. Une fois la phase d'injection terminée, un délai avant l'ouverture du moule doit être respecté pour permettre à la résine liquide de se solidifier suivant un cycle de cuisson prédéterminé.

Ce travail débutera par une introduction aux matériaux composites et une présentation du procédé RTM. Les phénomènes entourant l'imprégnation d'un renfort fibreux seront présentés ainsi que les équations constitutives qui prouvent l'importance des conditions d'injection. Ceci complètera l'introduction aux matériaux composites et au procédé de mise en forme RTM.

Dans un second temps, présentés à l'aide de deux articles scientifiques regroupant le travail expérimental effectué sous la supervision du Dr Edu Ruiz, les résultats de deux différentes études mèneront à présenter le rôle des conditions d'injection sur la formation de porosités ou vides dans le composite et son influence sur les propriétés mécaniques découlant de ces défauts. Une conclusion comportant une discussion sur les résultats parachèvera ce travail de recherche.

CHAPITRE 1

CRITIQUE DE LA LITTÉRATURE

1.1 Quelques chiffres

Les procédés LCM connaissent un essor dans toutes les industries de pointe telles que l'industrie aéronautique, l'automobile, l'éolienne, nautique et les équipements de sport. Des secteurs tels que la médecine et l'architecture s'intéressent à ce créneau et incorporent de plus en plus l'utilisation des matériaux composites, que ce soit pour des ouvrages routiers ou des prothèses. En chiffres, l'utilisation des matériaux composites a connu une croissance de 490% au cours des trente dernières années¹.

Utilisé par l'industrie aérospatiale et nautique, les composites représentent aujourd'hui le matériau de choix remplaçant petit à petit l'aluminium qui jusqu'à maintenant, était la matière première pour la construction des avions. Plusieurs grands fabricants de l'industrie aéronautique n'hésitent plus à utiliser les matériaux composites dans une large proportion. Le constructeur Boeing a mis au point le nouveau 787 Dreamliner², avion prévu pour livraison à son premier client en 2008, comptant jusqu'à 60% en masse de matériaux composites. Boeing ayant ouvert la marche, plusieurs autres compagnies telles Airbus, avec son modèle A350 qui utilisera plus de 50% en masse les matériaux composites et Bell Helicopter Textron, avec son nouveau né, le M429, emboîteront le pas et n'hésitent pas à utiliser les matériaux composites. Étant une

solution à la réduction du poids des structures et à l'économie en carburant, les matériaux composites permettent une meilleure résistance à la corrosion et une durée de vie améliorée.



Figure 1.1 (a)Airbus A350 et (b) Boeing 787 Dreamliner.



Figure 1.2 Bell Helicopter M429.

Avec une utilisation croissante et évalué annuellement à plus de 20%¹, il n'est pas sans dire que des investissements majeurs sont introduits dans la fabrication des matériaux composites. Il n'est donc pas surprenant de voir des centres de recherches et des collaborations internationales se développer afin de raffiner les techniques de fabrication et de production dans ce domaine.

1.2 Introduction aux matériaux composites

L'utilisation des composites remonte au temps des Égyptiens⁵. Déjà à cette époque, ils utilisaient un mélange de boue et de paille pour former des briques afin de construire des bâtiments. Le premier composite naturel connu et utilisé est le bois. Le bois étant un tissu végétal, la norme NF B 50-003 le définit comme « un ensemble de tissus résistants secondaires qui forment les troncs, branches et racines des plantes ligneuses. Issu du fonctionnement du cambium périphérique, il est situé entre celui-ci et la moelle ».

Quelle est la définition d'un matériau composite? L'ASTM définit les composites comme étant une composition d'au moins deux éléments différents en forme et composition qui une fois mis ensemble, conserve leur identité et leurs propriétés. La combinaison des deux formes donne un matériau aux propriétés qui maximise les performances. Les composites sont en effet composés d'au moins deux constituants : soit la matrice, élément prépondérant du composite et d'une fibre qui elle, sert à renforcer la matrice. Le rôle de la matrice est de maintenir les fibres ensemble et de maintenir la forme de la pièce, de permettre un transfert des forces aux fibres et de protéger les fibres de l'environnement. Plusieurs formes de renfort existent, soit les fibres continues (carbone, aramide (Kevlar)⁶, verre), les particules ou les nanoparticules (argile, carbone). Les composites ont comme avantages une réduction du

poids, de meilleures propriétés mécaniques, une meilleure résistance à la corrosion et une meilleure tolérance à la fatigue lorsqu'on les compare aux matériaux métalliques.

Plusieurs méthodes de mise en forme existent pour produire cette classe de matériau. En effet, l'industrie aéronautique compte encore largement sur le procédé autoclave où le composite est placé dans une enceinte chauffée et pressurisée. Le moulage contact est largement utilisé par l'industrie nautique compte tenu de son bas coût d'opération et l'industrie automobile compte davantage sur les méthodes d'injection en moule fermé. Dans le cadre de ce mémoire de maîtrise, le procédé d'injection RTM a été utilisé et étudié comme méthode de mise en forme des matériaux composites.

1.3 Le moulage par transfert de résine (RTM)

Le RTM n'est pas exclusif à la fabrication de pièces à haute performance. Coques de bateau, douches, pièces de construction et cabines de camion sont autant d'exemples qui démontrent la flexibilité de ce procédé. La popularité grandissante de ce procédé est en partie attribuable à sa simplicité. Cette méthode fut développée dans le but de diminuer les émissions hautement cancérigènes de styrène lors de la polymérisation de la matrice grâce à l'utilisation d'un moule fermé à paroi rigide.

Le procédé RTM consiste à placer un renfort sec, ou préforme fibreuse, dans un moule en deux parties aux formes de la pièce à fabriquer (voir Figure 1.3). Le moule est ensuite fermé avant qu'une résine thermodurcissable y soit injectée sous pression pour imprégner le renfort fibreux. La réaction de polymérisation est initiée par un catalyseur préalablement mélangé à la résine avant la phase d'injection. L'utilisation de la chaleur est souvent de mise pour accélérer la réticulation de la résine et ainsi, sa solidification. Une fois la polymérisation terminée, le moule est ouvert et la pièce démoulée.

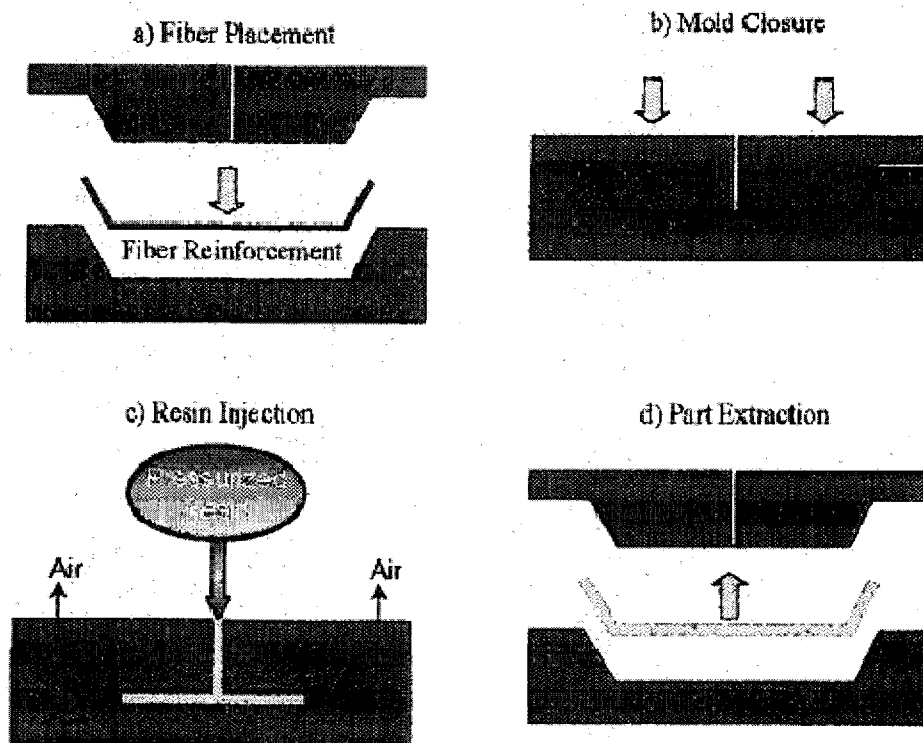
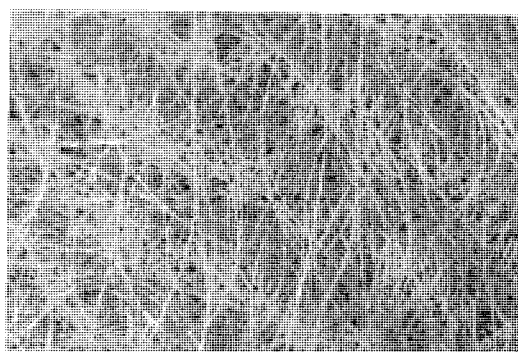


Figure 1.3 Le procédé RTM.

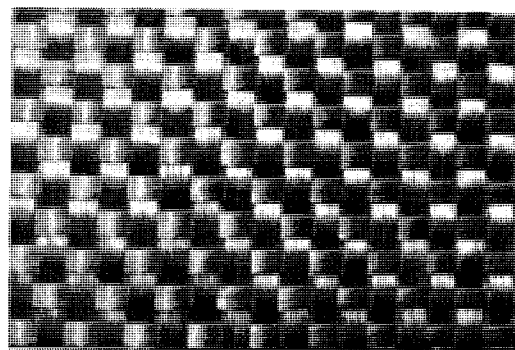
Ainsi, par sa simplicité et la possibilité de réaliser un grand volume de pièces, le RTM permet un grand volume de production tout en assurant une bonne répétitivité des propriétés mécaniques des pièces. Par ses qualités indéniables, le RTM est une méthode de mise en forme des plus prometteuses et continue à gagner des adeptes.

1.4 Les renforts fibreux

Les matériaux composites sont composés d'au moins deux constituants, une matrice et un renfort. Le rôle du renfort fibreux est d'augmenter les propriétés mécaniques de la pièce. Le renfort fibreux peut se présenter sous deux formes (voir Figure 1.4): (a) les matériaux dits à fibres aléatoires (mat) et (b), les renforts tissés ou unidirectionnels. Ces deux types de matériaux, par leur arrangement filamentaire différent, présenteront des écoulements différents de la résine.



(a) Renfort à fibres aléatoires



(b) Tissu bi-directionnel

Figure 1.4 Type de renforts fibreux.

Par leurs configurations différentes, ces renforts présenteront aussi une perméabilité différente. La perméabilité est définie comme l'aisance d'un fluide à se déplacer à travers un milieu poreux. Plus la perméabilité du milieu est élevée, plus le liquide

s'écoulera facilement et vice-versa. Ainsi, la perméabilité d'un renfort aléatoire est en général plus élevée que pour un renfort tissé par un facteur de 10 à 100.

1.5 Phénomènes entourant l'imprégnation d'un renfort fibreux

Le procédé RTM consiste à placer un renfort fibreux dans un moule à paroi rigide et d'y injecter une résine à haute pression dans la cavité du moule pour ainsi imprégner le renfort. Les phénomènes entourant la mise en forme des composites par le procédé RTM se concentrent autour de quatre pôles : les phénomènes viscoélastiques, thermiques, chimiques et rhéologiques. Ces quatre pôles sont inter-reliés par des variables telles la température, la déformation, les contraintes, la pression et le degré de polymérisation.

Ce travail se concentrera sur les paramètres rhéologiques puisque ce sont ces derniers qui sont à la base de l'imprégnation des renforts fibreux. Effectivement, les paramètres rhéologiques sont liés intimement à l'écoulement à travers un milieu poreux (renfort), aux forces capillaires et à la variation de la viscosité qui sont tous intimement lié à l'évolution du degré de polymérisation de la résine. Les paramètres rhéologiques peuvent être approximés par des modèles mathématiques.

On définit un milieu poreux comme étant une structure perméable avec un réseau interconnecté de pores (vides). En effet, Henry Darcy, ingénieur français, fut le premier à remarquer ce phénomène lors de la fabrication des fontaines publiques de Dijon. Il aperçu une diminution de la pression de l'eau entre l'entrée et la sortie d'une conduite remplie de sable, qui agit ici comme un milieu poreux.

Suite à cette découverte, il fut possible par des lois et équations constitutives de décrire l'écoulement d'un fluide à travers un milieu poreux. Quoique la loi de Darcy est une loi qui a été déterminée expérimentalement par son auteur, il a été plus tard défini que les équations entourant le phénomène que Darcy a observé découlait en fait de la loi de Navier-Stokes par homogénéisation. Ainsi, la loi de Darcy jumelée à la loi de conservation de masse caractérise un écoulement à travers un milieu poreux. Par contre, la loi de Darcy ne permet pas de modéliser l'imprégnation partielle d'un renfort fibreux partiellement saturé. Cette mauvaise imprégnation a un impact sur la qualité finale des pièces en y laissant des porosités et des zones sèches qui affecteront les propriétés mécaniques de la pièce.

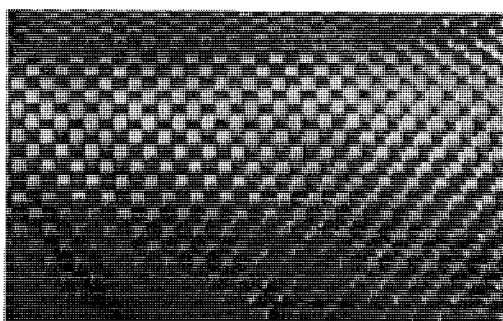
Les renforts généralement utilisés en LCM sont décrits comme un milieu à deux niveaux de porosité. Pour un tissu bidirectionnel, les porosités sont observables à deux différentes échelles de taille tel que montré à la Figure 1.5. Les porosités macroscopiques sont identifiables comme les vides entre les fibres constituant un tissu (Figure 1.5(a)). Les vides microscopiques sont par ailleurs eux, identifiables comme les vides entre les filaments constituant une fibre (Figure 1.5(b)).

Ce double niveau de porosité laisse place à un double mécanisme d'imprégnation du renfort (i.e. remplissage des macro et micro vides). Plusieurs scientifiques ont étudié le phénomène d'imprégnation des fibres et ont conclu que la variable critique lors du

remplissage d'un milieu poreux, est la vitesse à laquelle le fluide traverse ce milieu. Il est alors primordial de connaître l'ensemble des variables menant à l'obtention d'une imprégnation totale du milieu poreux afin de permettre la production de pièces de hautes qualités.

Milieu à deux niveaux de porosité

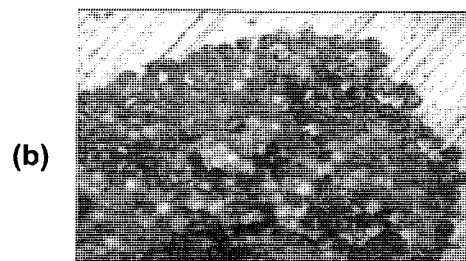
Un renfort tissé à deux niveaux
de porosité



Renfort Tissé



Échelle Macroscopique



Échelle Microscopique

Figure 1.5 Les renforts tissés ont deux niveaux de porosité, une macroscopique (a) et une microscopique (b)⁷.

1.6 Objectifs de la recherche

Les objectifs de recherche menés dans le cadre de ce mémoire se concentrent autour de deux volets principaux qui sont définis comme suit :

- I. L'optimisation des paramètres d'injection afin de diminuer la formation de vides dans les pièces composites réalisées par le procédé RTM.
- II. L'étude de l'effet de cette optimisation des paramètres d'injection sur les propriétés mécaniques résultantes des pièces.

Ces deux volets de l'étude sont d'une grande importance puisqu'ils permettent d'augmenter la qualité des pièces fabriquées et de réduire le temps du cycle de fabrication des pièces.

1.7 Organisation du mémoire

Ce mémoire est présenté sous la forme d'un mémoire par articles. Dans un premier temps, au **chapitre 2**, un article intitulé « *Porosity Reduction using Optimized Flow Velocity in Resin Transfer Molding Part I: Selecting the Proper Injection Conditions* » discute de l'importance de la connaissance du phénomène d'imprégnation du renfort fibreux en RTM afin de diminuer la formation de porosités. Cette étude expérimentale démontre l'importance de connaître la vitesse locale de la résine, pour chaque renfort,

qui permettra une imprégnation uniforme et complète. Dans ce chapitre, la formation de vides macroscopiques et microscopiques emprisonnés entre ou à l'intérieur des fibres est étudié en fonction de la pression capillaire de la résine, de la porosité des fibres et de la vitesse locale de la résine. Ainsi, il en découle une relation où il est possible de relier la formation de vides à la vitesse de la résine et à sa pression. Découlant de cette relation et avec l'aide de la loi de Darcy, il sera donc possible de déterminer une vitesse optimale du front de résine afin de diminuer la formation de macro/micro vides durant l'imprégnation du renfort. Plusieurs renforts de différentes formes (mats et tissus) ont été utilisés afin de démontrer l'existence de cette vitesse optimale d'imprégnation, qui est unique à chaque renfort. Finalement, une étude comparative est présentée entre une injection à pression constante et une à débit constant afin de démontrer leur impact sur la qualité de la pièce tout en conservant le même temps de cycle.

À partir des résultats du chapitre précédent, le **chapitre 3** intitulé « *Porosity Reduction using Optimized Flow Velocity in Resin Transfer Molding Part II: Voids and Mechanical Properties* » a pour objectif de démontrer le lien entre la formation de vides et les propriétés mécaniques. En se basant sur certaines conclusions de la partie 1 de cette étude, une corrélation est présentée entre le pourcentage de vides, généralement formés lors de la phase d'injection et les propriétés mécaniques résultantes. En se basant sur un plan expérimental mesurant l'effet d'une injection à pression constante, l'effet de cette pression sur la formation de macro/micro vides au nombre capillaire local et aux

propriétés mécaniques en traction sera analysé. La performance du procédé RTM est étudiée en analysant la formation de porosités dans les pièces et les propriétés mécaniques résultantes. Finalement, un modèle numérique a été développé permettant de prédire la diminution des propriétés mécaniques en fonction du taux de porosités.

À la fin de ce travail, une discussion générale sur les phénomènes étudiés et une conclusion sur l'ensemble des résultats obtenus sont présentés au **chapitre 4**.

Références

- 1- Thermosets and composites, Elsevier, 2004
- 2- The Boeing Compagny, <http://www.boeing.com>
- 3- Airbus S.A.S., une compagnie d'EADS, <http://www.airbus.com/en/>
- 4- Bell Helicopter Textron Inc, a Textron compagny,
<http://www.bellhelicopter.textron.com/en/index.cfm>
- 5- MEC6318, Fabrication des composites par injection, chapitre 1, notes de cours, École Polytechnique de Montréal
- 6- DuPont, http://www2.dupont.com/DuPont_Home/en_US/index.html
- 7- Ruiz, E., et al., *Optimization of injection flow rate to minimize micro/macro-voids formation in resin transfer molded composites*. Composites Science and Technology, 2006. **66**(3-4): p. 475-486.

CHAPITRE 2

ARTICLE 1: POROSITY REDUCTION USING OPTIMIZED FLOW VELOCITY IN RESIN TRANSFER MOLDING

PART I: SELECTING THE PROPER INJECTION CONDITIONS

Présentation du chapitre

Ce premier de deux volets présente une étude expérimentale sur l'optimisation des paramètres d'injection afin de réduire la formation de porosités des pièces fabriquées par le procédé RTM. Destiné à présenter le mécanisme de formation des vides ou porosités dans le renfort lors de l'étape d'injection, on y présente une étude expérimentale réalisée sur plusieurs renforts et de l'effet des différents tissages sur la vitesse optimale d'injection. Une étude à débit constant et à pression constante est réalisée en utilisant différents renforts et en variant les conditions d'injection qui mèneront à l'optimisation de la vitesse locale d'injection. Des modèles numériques et expérimentaux basés sur les résultats obtenus de mesures de taux de vide reliées aux conditions d'injections sont développés et soulèvent l'importance des paramètres d'injection. Une étude comparative d'une injection à pression constante et à débit constant est présentée afin de conclure sur le choix des paramètres d'injection tout en conservant un temps de cycle équivalent.

Porosity Reduction using Optimized Flow Velocity in Resin Transfer Molding

Part I: Selecting the Proper Injection Conditions

Jean Sébastien Leclerc and Edu Ruiz

Chair on High Performance Composites (CCHP),

Research Centre on Plastics and Composites (CREPEC)

École Polytechnique, Montréal (Québec) H3C 3A7 <http://cchp.meca.polymtl.ca>

2.1 Abstract

Liquid Composite Molding (LCM) regroups a number of well known manufacturing techniques of polymer composites based on resin injection through fibrous reinforcements. LCM processes such as RTM (Resin Transfer Molding) have been increasingly used to manufacture parts for a wide range of industrial applications and were shown to be cost-effective in the low to medium range of volume production. To improve the performance of these processes, more scientific knowledge of the impregnation phenomena is required. In LCM processing, injection pressure dominates the impregnation of the fibers. It was recently observed that the local resin velocity is key for proper impregnation of the fibrous reinforcement. The formation of macro/micro voids entrapped between or within the fiber tows is a function of the capillary pressure

of the resin, the porosity of the fiber bed and the local fluid velocity. An optimum resin velocity exists so as to minimize the content of macro and micro voids during resin impregnation. In this work, an experimental analysis is carried out on different types of fibrous reinforcements to identify the optimal impregnation velocity. Injection experiments were carried out at constant flow rate and constant pressure. The content of macro/micro voids was related to the local capillary number. Finally, a comparison between injections at constant pressure and constant flow rate has been carried out. It is observed, from this comparison, that an optimized injection reduces void content while keeping constant the cycle time of the process.

Keywords: Resin Transfer Moulding, Fibre reinforced polymer, Injection Pressure, Void formation, Capillary Number, Void Content

2.2 Introduction

In the past years, polymer composite applications have gained ground for technological, economical and environmental reasons. The aerospace, marine and automotive industries have pioneered the use of high performance composites in numerous structural and semi-structural applications. Liquid Composite Molding (LCM) regroups a number of techniques to manufacture fiber-reinforced polymer composites. LCM processes such as Resin Transfer Molding (RTM) are increasingly used to manufacture parts for a large number of industrial applications, demonstrating the cost effectiveness of this technology in the low to medium range of volume production. In RTM manufacturing, during the injection stage, a liquid resin impregnates the fibers that are placed in a rigid and closed mold. Partial impregnation of the fiber bed leaves voids in the part and as a result, reduces mechanical properties and surface quality of the part [1-3]. To improve the quality, the percentage of voids formed during resin impregnation must be reduced.

The fibrous reinforcements generally used in LCM are described as a dual-scale porous media [4-11]. As shown in Figure 2.1 for a bidirectional glass fabric [12], porosity can be observed on two identifiable scales. Porosity at the macroscopic scale is defined as the free spaces between fabric tows (see Figure 2.1a), while microscopic porosity are the free spaces between the tows filaments (see Figure 2.1b). This double scale porous

medium leads to a two-level impregnation mechanism (i.e., filling of the micro and macro-pores). Important to note that fiber mats are different from fabrics since they only have a single scale of porosity.

Researchers have experimentally studied the infiltration phenomena and concluded that the resin velocity influences the formation and location of voids in composite parts made by resin injection[4, 9, 10, 13]. During impregnation of a double-scale porous medium, the forces that induce the motion of the fluid are of two different natures: viscous and capillary. Bréard et al. [4] carried out a microscopic study of porosity in RTM composite specimens manufactured at different injection flow rates. It was found that for low resin velocities, capillary forces become dominant inducing the fluid to travel through the fabric tows, where the porosity is smaller and the total surface tension higher. As shown in Figure 2.2a in the case of capillary dominant flows, macro-voids are entrapped in the open spaces between fiber tows. In the opposite case, as depicted in Figure 2.2b for high resin velocities, the viscous forces are predominant forcing the fluid to travel through the open spaces between tows. In a case of viscous dominant flow, microscopic voids appear inside the fiber tows due to the difference between the viscous resistance of the tows and of the filaments inside the tows. In the past, researchers have published several experimental investigations on the formation of micro and macro-voids [14-16]. Some analyses were also performed to identify and describe the mechanisms of void formation [17-20].

In practice, the injection flow rate should be optimized and controlled to minimize void formation. As shown in Figure 2.3, the percentage of macro/micro-voids formation is almost a logarithmic function of the fluid flow velocity v [4, 21]. Macroscopic voids are of a greater concern in LCM manufacturing. Since their formation results in a higher global void content, careful attention must be taken to make sure resin flow velocity does not fall under a critical value. Microscopic voids are less important in number, but still, need to be minimized to obtain high quality parts.

In this work, a practical methodology is presented to characterize the mechanism of void formation in RTM manufacturing. The optimum injection velocity that minimizes void formation to improve RTM processing is also addressed in this work. Composite plates were manufactured under different injection conditions and void formation was related to the flow front velocity of the resin by means of Darcy's law. An optimum capillary number can then be associated to each fibrous reinforcement and a specific optimal injection velocity at the flow front can be extracted from a combination of experimental results and numerical calculations.

2.3 Void formation mechanisms

Formation of voids in woven fabrics is quite different than in mats or non-woven fabrics. Chen et al. [22, 23] studied the mechanisms of micro-void formation in fiber bundles, defining macro and micro flows. The researchers considered two cylindrical fiber bundles separated by a defined distance and examined the liquid flowing between the bundles and the air entrapped by transverse flow. As observed, most of the penetrating liquid will first flow through the gap between the two fiber bundles and then, some liquid will also penetrate into the fiber bundles as a result of capillary action. The authors also explained that the amount of air entrapped depends on the fluid velocity and the capillary action.

In the past, researchers [4, 13, 24, 25] have demonstrated that the percentage of macro/micro-voids is nearly a logarithmic function of the fluid flow velocity v . As shown in Figure 2.3, the volume of macro and micro voids can be estimated as two inverse logarithmic functions of the impregnation velocity. Instead of directly relating the fluid velocity to the percentage of voids entrapped, researchers [10, 13, 14, 16, 24, 25] have used a dimensionless parameter called the *capillary number* (Ca) to study the relative effect of viscous forces and surface tension acting across an interface between a liquid and a gas. The Ca takes the following form:

$$Ca = \frac{\mu v}{\gamma} \quad (1)$$

where μ is the viscosity of the fluid, γ the surface tension at the interface air/resin and v is the fluid velocity. Patel et al. [10] measured the voids entrapped in a woven fabric for different fluids and a large number of flow velocities. When plotting void fraction as a function of Ca , researchers found that experimental data merged into a master characteristic curve. Void formation measured as a function of fluid velocity can then be transformed into a function of Ca . Analyzing Figure 2.3, macro voids tend to form during fiber impregnation at low speed, due to capillary action, and can exceed 15% in volume. On the other hand, a high resin velocity will lead to micro void formation, but at a much lower rate (up to 2% in terms of volume percent). Thus, the resin impregnation velocity should not fall below a critical value, for which a high percentage of macro voids can appear.

Figure 2.3 also show that an optimal impregnation velocity (or Ca) exists that minimizes void formation. Hence, manufacturing conditions such as injection flow rate, mold temperature and resin viscosity must be combined in such a way that the Ca at the flow front position remains close to the optimal value.

2.4 Materials and manufacturing conditions

This work aims to investigate the impact of injection conditions on void formation in RTM manufacturing. Composite plates were manufactured using the heated RTM mold represented in Figure 2.4. This mold was designed and instrumented to consistently fabricate plates in a controlled environment. The actual mold consists of a steel cavity of 400 x 400 mm in dimensions and with a cavity of 3 mm. Necessary energy to heat the mold was delivered through two heating plates in contact with the steel cavity. Furthermore, the mold is insulated on all its sides to keep a uniform temperature throughout the part cavity.

To control and keep track of the quality of the manufactured parts, thermocouples and heat flux sensors were inserted at precise locations in the mold to regulate the temperature and measure the reactivity of the resin. Since RTM requires pressure to consolidate the composite and inject the resin, the steel cavity is clamped by a hydraulic press enabling constant closure conditions for all experiments. The steel mold was treated with a release agent (Frekote 700, Henkel Corporation) before sample manufacturing.

As shown in Figure 2.5, a fibrous reinforcement was placed in the 3 mm cavity before mold closure. Fibers were impregnated in a unidirectional way by placing an injection gate and preferential channel at the resin inlet. An air vent, at the opposite end, was set at atmospheric pressure.

In this paper, void formation was measured for four kinds of reinforcements: a monofilament mat Unifilo 101 from Vetrotex (Figure 2.6), a bidirectionnal glass fabric NCS 82620 from J.B. Martin (Figure 2.7), a woven fabric consisting of single end glass rovings Rovcloth 2454 from Fiber Glass Industries (FGI) (Figure 2.8) and a Chomarot Roviplay, a multi-axial non-crimped LIBA stitch bonded fabric (Figure 2.9). Rectangular preforms of 395 x 400 mm made out of these four reinforcements were impregnated with either an anhydride epoxy resin system or a vinylester resin (Derakane 411-350, Ashland Chemicals Inc.).

In this study, three sets of experiments were carried out in order to relate void formation to the manufacturing conditions. In the first set of experiments, plates were manufactured at 150°C by applying a constant injection flow rate. Flow rate was varied from 6 to 18 ml/s. To characterize the impact of flow rate on void formation for different fibrous structures, three reinforcements were used (Unifilo U101, NCS 82620 and Rovcloth FGI 2454). The fiber volume fraction (V_f) was kept constant for all tests (50% for U101 and Rovcloth 2454 plates, 56% for NCS plates). The epoxy resin used

was previously degassed at 80°C and mixed on-line during injections at 120°C. The injection gap in the steel mold allowed the resin to gain enough thermal energy to reach 150°C before wetting the fibrous reinforcement. All test conditions are summarized in Table 2.1.

A Chomarat Roviply fabric was used in the second set of experiments. The samples were formed of 4 plies oriented at [0, 45, 90, 45] with a fiber volume fraction of 45%. For this set of experiments, the resin used was a vinylester commercially known as the Derakane 411-350 (Ashland Chemicals Inc.). Plates were injected at constant pressures varying from 20 to 45 Psi and were kept at 95°C until full cure. The test conditions for the second plan of experiments are summarized in Table 2.2.

In the third set of experiments, only the Rovcloth 2454 fabric was used at a fiber volume fraction (V_f) of 40% with an anhydride epoxy matrix. The resin was degassed at 60°C for an hour prior to injection. Injections were carried out at constant pressures varying from 5 to 35 Psi and at a temperature of 95°C. Test conditions of this third set of experiments are summarized in Table 2.3.

For all three sets of experiments, the injected plates were post-cured with a dwell time of 6 hours at 150°C to ensure complete polymerization of the matrix.

2.5 Void content measurement

To determine the void content of specimens taken from the composite plates manufactured throughout the three sets of experiments, the ASTM-D3171-06 test method was applied. By following this norm, the void content was calculated in the following way:

$$X_v = 1 - \frac{(\rho_{waterat T_o})M_A(\rho_f + (M_{CF} - M_C)(\rho_M - \rho_F))}{(M_A - M_W)\rho_F\rho_M} \quad (2)$$

where X_v is the total percentage of voids, M_A the weight of the specimen in air, M_W the weight of the specimen in distilled water, M_C the weight of the cup to be used for all measurements and used for the pyrolysis of the resin, M_{CF} the weight of the cup and fiber, ρ_M the matrix density and ρ_f , the fiber density. To determine the void content, the weight of the composite specimens was first measured at ambient air and then immersed in distilled water in order to calculate its density. This test method requires measuring separately the density of the resin and of the bare fibers.

To evaluate the void distribution in the RTM plates; specimens were taken along the flow direction. As shown in Figure 2.10, three positions along the length were chosen

(at 115, 175 and 285 mm). Three samples of 30 x 30 mm were cut out of the plate to test the reproducibility of the results. Once cut, all samples were dried for 48 hours at 45°C to eliminate moisture that could affect the precision of our measurements. Void content was then calculated by measuring the density of the composite before and after burning out the matrix at 550°C for 2 hours.

2.6 First plan of experiments: injections at constant flow rate

In the first set of experiments, injections were carried out at constant flow rate. As shown in Figure 2.11 for the Unifilo U101, three injections were carried out at 6, 10 and 18 ml/s. As expected, the void distribution measured along the length was nearly constant for each manufactured plate. The averaged void content seems to be lower for the plate injected at 10 ml/s, while a maximum was observed for the plate injected at 18 ml/s.

Figure 2.12 shows the void contents measured at different injection flow rates for the three reinforcements tested in this plan of experiments. It is observed that the percent of macro and micro voids formed is different for each reinforcement. While up to 5.5% of voids were measured for the U101 mat, between 1 and 2% were obtained respectively for the NCS and Rovcloth fabrics at the same injection flow rate. For each experiment, the corresponding capillary number has been calculated according to equation (1). The viscosity of the resin at the injection temperature (150°C) was 0.0035 Pa.s. The surface tension of the epoxy resin is taken from Patel et al [10] with a value of $\gamma=35$ mN/m. Figure 2.13 shows the same results plotted as a function of the calculated capillary number (Ca) for the three reinforcements considered. A minimum void content is obtained for $Ca=1.4e-2$ for the Unifilo U101 mat. The Rovcloth and the NCS fabrics

appear to have a minimum percentage of voids at a much lower Ca (not allowed by the injection system used in this work).

The minimum void fraction measured at 150°C for the Unifilo U101 was 1.25%, 0.3% for the NCS 82620 and 0.8% for the Rovcloth 2454 (all at different flow rates). Note also that the three reinforcements tested have different tow sizes. The Unifilo is a mono-filament random mat with a filament diameter of 0.12 mm. The Rovcloth 2454 is a basket weave roving with a tow size of 4.18 mm and the NCS 82620 is a bidirectional non-woven fabric with a tow size of 1.36 mm. This means that the minimum void content appears at a higher Ca when the tow size decreases (see Figure 2.13).

2.7 Second plan of experiments: injections at constant pressure with the Chomarat Roviply fabric

In the second plan of experiments, injections were carried out at constant pressures from 20 to 45 Psi for the Chomarat Roviply. As depicted in Figure 2.14, for an injection at 30 Psi, the distribution of voids varies along the length. In this case, three samples were collected at each of the 3 locations along the length of the plate. Under this injection condition, the void content increased from the injection port (sample position 1) to the vent position (sample position 3).

In a rectilinear RTM injection at constant pressure, the velocity of the flow front decreases along the length following a power function [26]. This means that at the early beginning of the injection, the impregnation velocity is high, while at the end of the injection (when the resin is close to the vent); the impregnation velocity is much lower. It is known that void formation is strongly related to resin velocity. Hence, the increment of void content along the length is linked to the diminution of the resin flow velocity along the length of the sample as a result of a constant injection pressure.

These experiments also show that at each position, the 3 samples along the width give a similar percent of voids. A slight increment can be observed from samples 2_1 to 2_3

and from samples 3_1 to 3_3. This difference in void content along the width can be explained by an edge effect on one side of the rectangular mold.

Figure 2.15 shows the distribution of void content for three plates injected at 20, 30 and 45 Psi respectively. Different levels of voids are observed for each plate. While the plates injected at 20 and 30 Psi resulted in a maximum void content of 7%, a void content of around 4% was measured for the plate injected at 45 Psi. In all three cases, the percents of voids increased from nearly 2% at 10 cm from the inlet to a maximum near the vent. These differences are intimately related to the local velocity of the resin front.

Based on volume averaged values, Darcy's law is often used to model the resin flow through fibrous reinforcements and establishes the following relationship between the fluid velocity and pressure gradient. Darcy's law can be written in the following form [27]:

$$\bar{v}_{front} = -\frac{[K]}{\mu\phi}\nabla P \quad (3)$$

where \bar{v}_{front} is the fluid macroscopic velocity at the flow front, $[K]$ the permeability tensor of the porous medium, μ the viscosity of the resin, ϕ the total porosity of the dual-scale porous medium, and ∇P the pressure gradient. If a fully saturated flow is

considered, the equation of mass conservation for the fluid phase can be written as follows:

$$\text{div}(\rho \vec{v}) = 0 \quad (4)$$

where ρ is the density of the fluid and \vec{v} is the filtration fluid velocity (i.e., the velocity at which the fluid actually travels in the pores rather than the macroscopically observed velocity, $\vec{v}_{front} = \frac{\vec{v}}{\phi}$). For a rectilinear flow (also called channel flow), the velocity of the resin at the flow front can be calculated from the injection pressure [26] as follows:

$$\vec{v}_{front} = \frac{K}{\mu \phi} \frac{P_{inj}}{X_f} \quad (5)$$

where P_{inj} is the injection pressure and x_f denotes the position of the resin front during a rectilinear impregnation. The local resin velocity during injections at constant pressure can be calculated by equation (5).

For the tests of the second plan of experiments, the viscosity of the resin at the injection temperature (95°C) was 0.01 Pa.s, the permeability of the Chomarat Roviply reinforcement was 3e-11m² and its averaged porosity was 55%. Figure 2.16 shows the velocity of the resin front calculated for the different constant injection pressures tested in the second plan of experiments. The expression of the rectilinear flow velocity of equation (5) has been used to evaluate numerically the flow velocity along the length.

By combining Figures 2.15 and 2.16, void formation has been plotted in Figure 2.17 as a function of local resin velocity (or impregnation velocity). This graph contains two regions showing the macro and micro voids formation with an optimal impregnation velocity of 0.0075 m/s. According to this analysis, two models can be created for macro and micro voids:

$$\text{Macro-void model} \quad MV_{\%} = -6.779 \cdot \ln(\bar{v}_{front}) - 31.128 \quad (6)$$

$$\text{Micro-void model} \quad mV_{\%} = 0.125 \cdot \ln(\bar{v}_{front}) + 2.807 \quad (7)$$

To validate the results obtained for injections at constant pressure, an injection at constant flow rate was carried out. As seen in Figure 2.17, for a flow velocity of 6.5×10^{-3} m/sec, 2.4% of voids were measured on a plate injected at 2.5 ml/sec. A similar value was predicted by the macro-void model (2.7%). This demonstrates the consistency of the proposed approach to characterize and model the formation of voids.

Figure 2.18 shows numerical predictions of void formation from experimental data obtained in the second plan of experiments. A good agreement between experimental data (from Figure 2.15) and numerical values is observed for the three injection pressures tested. In the three cases, the void content predicted near the inlet gate (at 0.05 m) is slightly higher due to the larger impregnation velocity in this region that induces

the formation of micro-voids. The numerically predicted void content decreases to a minimum value (around 2%) at different locations for each injection pressure (0.1 m for 20 Psi, 0.15 m for 30 Psi and 0.23 m for 45 Psi). The locations of minimal void content correspond to the positions where the resin velocity is equal to the optimum impregnation velocity (see Figure 2.16). From this position along the length, the velocity of the resin flow decreases below the critical value inducing the formation of macro-voids. Hence, all the curves of Figure 2.18 show a higher void content closer to the vent. Equation (5) is used to relate the position along the longitudinal axis of the sample to the resin velocity and the models (6) and (7) give the void content as a function of resin velocity. Hence, Figure 2.18 plots the void content as a function of position for the three injection experiments at constant pressure.

2.8 Third plan of experiments: injections at constant pressure with the Rovcloth 2454 fabric

In the third plan of experiments, injections were carried out at different constant pressures for the Rovcloth 2454 fabric. As illustrated in Figure 2.19, the void content varies along the length of the samples according to the injection pressure imposed (from 5 to 35 Psi). Plates manufactured under different injection conditions show two behaviors of void formation. For the low injection pressures (5 and 10 Psi), the percent of voids increases along the injection length (from the inlet to the outlet), while for higher injection pressures (20 and 35 Psi), the percent of voids decreases. Hence, it can be expected that macro-voids are formed at low injection pressures and micro-voids at high injection pressures.

The impregnation velocity for each injection strategy was calculated according to Darcy's law for a resin viscosity of 0.01 Pa.s, a permeability of the fibers of $2\text{e-}10\text{m}^2$ and a porosity of 60% (same as Figure 2.16 for the second plan of experiments). The calculated resin velocity was then combined with the void distribution in Figure 2.19 to plot the void distribution along the length of the samples. As shown in Figure 2.20, relating the void content measured at constant injection pressure to the numerically calculated local impregnation velocity results in the following models of macro and micro voids formation:

$$\text{Macro-voids model} \quad MV_{\%} = -8.823E-03 * \ln(\bar{v}_{front}) - 2.67E-02 \quad (8)$$

$$\text{Micro-voids model} \quad mV_{\%} = 2.091E-03 * \ln(\bar{v}_{front}) + 8.96E-02 \quad (9)$$

The optimum impregnation velocity that results in minimum void formation appears at $2E-2$ m/s. Injections at low pressures (5 and 10 Psi) are mainly in the macro-void region (i.e., for velocities below $2E-2$ m/s), while the injections at higher pressures (20 and 35 Psi) lie in micro-void region (i.e., for velocities above $2E-2$ m/s). This analysis explains the complex behavior of void formation reported in Figure 2.19.

Void content for this series of tests was finally related to the capillary number at the flow front position. Figure 2.21 shows the measured void content for the injections at constant pressure (third plan of experiments) and those of the first plan of experiments carried out at constant flow rate. The temperature of the first series of tests was at 150°C while for the third set of experiments; a temperature of 95°C was used. It is observed that the optimum Ca was the same for both plans of experiments ($8e-3$). The molding temperature has shown the impact on the formation of voids. While a void content of nearly 4% is observed at a Ca of $2e-2$ at 95°C , only 1.5% of void content is obtained at 150°C .

2.8 Test cases

In the manufacturing of composite parts by resin transfer molding (RTM), the selection of proper boundary conditions (i.e., injection pressure, mold temperature or clamping force) is key to obtain a high quality product. The boundary conditions are often chosen according to user experience or must take into account the limitations of the manufacturing equipment. The pressure at which the resin must be injected is selected from a combination of factors such as the required cycle time, the allowed mold deformation or the maximum pressure of the injection machine. High injection pressures are also limited by the displacement of the reinforcement near the inlet gate during impregnation (fiber wash-out). In most cases, void content (that affects the mechanical properties of the part) is not taken into account in the selection of injection conditions. In this work, three test cases were carried out to demonstrate the advantages of the proposed analysis in the selection of a proper injection strategy.

Considering that cycle time has already been set according to the desired production volume, an optimal injection strategy must now be adopted according to the desired filling time. Hence, when comparing two different injection strategies, the filling time must remain constant (i.e., not affect the cycle time). In the first test case, two rectilinear injections with the Chomarat Roviply are compared, one at constant pressure and one at constant flow rate. The injection at constant pressure was carried out at 30 Psi, and the

second injection at a constant flow rate of 2.5ml/s (both at 95°C). The filling time for the two injections was nearly the same, around 70 seconds.

Figure 2.22 shows a comparison of void distribution between these two injections. A nearly constant void content of 2.4% is observed for the injection at constant flow rate, while a high percent of voids appears in the second half of the part for the injection at constant pressure (up to 8%). It is then concluded that fixing an optimal impregnation velocity everywhere along the length of the part during mold filling guarantees a minimum (and constant) distribution of voids. An uncontrolled injection at constant pressure leads to a higher void content in certain regions of the part since resin velocity does not remain optimal at the flow front during impregnation of the fibrous reinforcement.

In the second test case, two different rectilinear injections were carried out with the Rovcloth 2454 fabric. As shown in Figure 2.23, a constant pressure of 5 Psi and a constant flow rate of 6 ml/sec were applied in this case. The two injections resulted in a filling time of around one minute. As in the previous case, the controlled flow rate injection resulted in an improved part with much less void content than the injection at constant pressure. In this case, a partial agreement is observed where experimental data has slightly lower values of void content than the numerical predictions at constant flow

rate. Note that the injection at 6 ml/sec was carried out at 150°C resulting in a lower void content predicted by the proposed model.

These test cases demonstrate the importance of having a controlled resin injection to minimize the formation of voids and improve the quality of RTM composites. As proposed by Ruiz et al. [21], a numerical approach can be implemented to calculate the injection flow rate required to minimize the void content in complex parts manufactured by RTM. Although injection tests have been carried out here for rectangular plates, the paper of Ruiz et al. [21] shows how to extend this approach to parts with more complex shapes.

2.9 Conclusions

In this paper, an experimental analysis was conducted on different fibrous reinforcements to demonstrate the importance of the injection conditions in RTM manufacturing. Proper injection parameters have a direct impact on overall part quality and mechanical performance, which are strongly dependent of the percentage of macro and micro voids. Void content affects surface finish, fatigue life, performance in service and unequal void distribution in the part induces unnecessary mechanical stresses in certain regions.

Three plans of experiments were developed and carried out to measure the effects of flow rate and pressure on void formation. In an effort to understand and reduce the percentage of macro and micro voids formed during the impregnation of a fibrous reinforcement under different injection conditions, composite plates were manufactured using a heated RTM mold with four different types of reinforcement: a monofilament Unifilo 101 mat, a NCS 82620, a Chomarat Roviply fabric and a Rovcloth 2454 fabric.

The optimization of injection conditions presented in this work is based on the concept of optimal capillary number at the flow front position. By means of Darcy's law, experimental void content can be related to the local impregnation velocity. An

optimum capillary number can then be associated to each reinforcement by a combination of experimental results and numerical evaluations.

Finally, two test cases were also carried out to demonstrate the importance of injection conditions. Comparative injections were carried out at constant pressure and constant flow rate. As outlined in this experimental analysis, the injection strategy can be selected so as to minimize void content (while keeping the same cycle time). As a matter of fact, manufacturing parameters such as injection flow rate, mold temperature or resin viscosity play a key role in maintaining a Ca in the vicinity of the flow front close to the optimal value.

The experimental work presents a useful tool to minimize the percentage of voids formed within the fibrous reinforcement during resin impregnation. As a result, increased overall performance of composites made by liquid injection molding (LCM) can be achieved. Part II of this research on innovating RTM manufacturing will relate the effects voids and injection conditions have on the mechanical properties of composite.

2.10 Acknowledgements

The authors are grateful to the National Science and Engineering Research Council of Canada (NSERC), General Motors of Canada (GM Canada) and the *Fonds Québécois de Recherche sur la Nature et la Technologie* (FQRNT) for their financial support. The authors would also like to thank CREPEC (Centre de Recherche En Plasturgie Et Composites) for providing the research infrastructure and equipment. Special thanks also go to Christian-Charles Martel and Yazid Belkhir for the quality of their technical support.

2.11 References

1. Varna, J., et al., *Effect of Voids on Failure Mechanisms in Rtm Laminates*. Composites Science and Technology, 1995. **53**(2): p. 241-249.
2. Gowayed, Y.A., *The effect of voids on the elastic properties of textile reinforced composites*. Journal of Composites Technology & Research, 1997. **19**(3): p. 168-173.
3. Goodwin, A., C. Howe, and R. Paton. *The role of voids in reducing the interlaminar shear strength in RTM laminates*. in *International conference on composites materials ICCM-11*. 1997. Gold Coast, Australia.
4. Breard, J., et al., *Analysis of Dynamic Flows Through Porous Media. Part I: Comparison Between Saturated and Unsaturated Flows in Fibrous Reinforcements*. Polymer Composites, 2003. **24**(3): p. 391-408.
5. Pillai, K.M., *Modeling the unsaturated flow in liquid composite molding processes: A review and some thoughts*. Journal of Composite Materials, 2004. **38**(23): p. 2097-2118.
6. Deparseval, Y., K.M. Pillai, and S.G. Advani, *A Simple Model for the Variation of Permeability Due to Partial Saturation in Dual Scale Porous Media*. Transport in Porous Media, 1997. **27**(3): p. 243-264.

7. Jinlian, H., L. Yi, and S. Xueming, *Study on void formation in multi-layer woven fabrics*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2004. **35**(5): p. 595-603.
8. Pillai, K.M. and S.G. Advani, *A Model for Unsaturated Flow in Woven Fiber Preforms During Mold Filling in Resin Transfer Molding*. Journal of Composite Materials, 1998. **32**(19): p. 1753-1783.
9. Pillai, K.M., *Governing equations for unsaturated flow through woven fiber mats. Part 1. Isothermal flows*. Composites Part a-Applied Science and Manufacturing, 2002. **33**(7): p. 1007-1019.
10. Patel, N. and L.J. Lee, *Effects of Fiber Mat Architecture on Void Formation and Removal in Liquid Composite Molding*. Polymer Composites, 1995. **16**(5): p. 386-399.
11. Patel, N., V. Rohatgi, and L.J. Lee, *Micro Scale Flow Behavior and Void Formation Mechanism During Impregnation through a Unidirectional Stitched Fiberglass Mat*. Polymer Engineering and Science, 1995. **35**(10): p. 837-851.
12. Ruiz, E., et al. *A Fast Numerical Approach to Reduce Void Formation in Liquid Composite Molding*. in *FPCM-8*. 2006. Mines de Douai, France.
13. Patel, N. and L.J. Lee, *Modeling of Void Formation and Removal in Liquid Composite Molding .1. Wettability Analysis*. Polymer Composites, 1996. **17**(1): p. 96-103.

14. Lee, G.W. and K.J. Lee, *Mechanism of void formation in composite processing with woven fabrics*. Polymers & Polymer Composites, 2003. **11**(7): p. 563-572.
15. Lee, D.H., W.I. Lee, and M.K. Kang, *Analysis and minimization of void formation during resin transfer molding process*. Composites Science and Technology, 2006. **66**(16): p. 3281-3289.
16. Mahale, A.D., R.K. Prud'homme, and L. Rebenfeld. *Characterization of voids formed during liquid impregnation of nonwoven multifilament glass networks as related to composite processing*. 1993. Philadelphia, PA, USA: Publ by NASA, Washington, DC, USA.
17. Spaid, M.A.A. and F.R. Phelan, Jr., *Modeling void formation dynamics in fibrous porous media with the lattice Boltzmann method*. Composites - Part A: Applied Science and Manufacturing, 1998. **29**(7): p. 749-755.
18. Verrey, J., V. Michaud, and J.A.E. Manson, *Dynamic capillary effects in liquid composite moulding with non-crimp fabrics*. Composites Part a-Applied Science and Manufacturing, 2006. **37**(1): p. 92-102.
19. Kang, M.K., W.I. Lee, and H.T. Hahn, *Formation of microvoids during resin-transfer molding process*. Composites Science and Technology, 2000. **60**(12-13): p. 2427-2434.

20. Binetruy, C., B. Hilaire, and J. Pabiot, *Tow impregnation model and void formation mechanisms during RTM*. Journal of Composite Materials, 1998. **32**(3): p. 223-245.
21. Ruiz, E., et al., *Optimization of injection flow rate to minimize micro/macro-voids formation in resin transfer molded composites*. Composites Science and Technology, 2006. **66**(3-4): p. 475-486.
22. Chen, Y.T., H.T. Davis, and C.W. Macosko, *Wetting of Fiber Mats for Composites Manufacturing .1. Visualization Experiments*. Aiche Journal, 1995. **41**(10): p. 2261-2273.
23. Chen, Y.T., C.W. Macosko, and H.T. Davis, *Wetting of Fiber Mats for Composites Manufacturing .2. Air Entrapment Model*. Aiche Journal, 1995. **41**(10): p. 2274-2281.
24. Labat, L., et al., *Void fraction prevision in LCM parts*. European Physical Journal-Applied Physics, 2001. **16**(2): p. 157-164.
25. Patel, N. and L.J. Lee, *Modeling of Void Formation and Removal in Liquid Composite Molding .2. Model Development and Implementation*. Polymer Composites, 1996. **17**(1): p. 104-114.
26. Rudd, C.D., *Liquid moulding technologies resin transfer moulding, structural reaction injection moulding and related processing techniques*. 1997,

Cambridge, England, Warrendale, PA: Woodhead Publishing Limited. Society of Automotive Engineers.

27. Ruiz, E., V. Achim, and F. Trochu, *Coupled Non-Conforming Finite Element and Finite Difference Approximation Based on Laminate Extrapolation to Simulate Liquid Composite Molding Processes. Part 1: Isothermal Flow*. Science and Engineering of Composite Materials, 2007. **14 (2)**: p. 85-112.

2.12 Tables

Table 2.1. First set of experiments carried out at constant flow rate with three different reinforcements.

Experiment #	Reinforcement	Vf %	Mold Temperature °C	Injection Flow Rate ml/s	Tow size mm
U101_01	Unifilo 101	50	150	6	0.12
U101_02	Unifilo 101	50	150	10	0.12
U101_03	Unifilo 101	50	150	18	0.12
NCS_01	NCS	50	150	6	1.36
NCS_02	NCS	50	150	8	1.36
NCS_03	NCS	50	150	18	1.36
FGI_01	FGI Rovcloth 2454	56	150	6	4.18
FGI_02	FGI Rovcloth 2454	56	150	8	4.18
FGI_03	FGI Rovcloth 2454	56	150	18	4.18

Table 2.2. Second set of experiments carried out at constant injection pressure with the Chomarat Roviply.

Experiment #	Reinforcement	Vf %	Mold Temperature °C	Injection Pressure Psi	Tow size mm
Struct_01	Chomarat Roviply	45	95	20	2.65
Struct_02	Chomarat Roviply	45	95	30	2.65
Struct_03	Chomarat Roviply	45	95	35	2.65
Struct_04	Chomarat Roviply	45	95	40	2.65
Struct_05	Chomarat Roviply	45	95	45	2.65

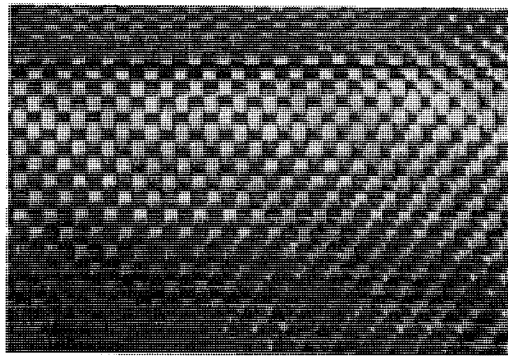
Table 2.3. Third set of experiments carried out at constant injection pressure with the FGI Rovcloth 2454.

Experiment #	Reinforcement	Vf	Mold Temperature	Injection Pressure	Tow size
		%	°C	Psi	mm
FGI_01	FGI Rovcloth 2454	40	95	5	4.18
FGI_02	FGI Rovcloth 2454	40	95	10	4.18
FGI_03	FGI Rovcloth 2454	40	95	20	4.18
FGI_04	FGI Rovcloth 2454	40	95	35	4.18

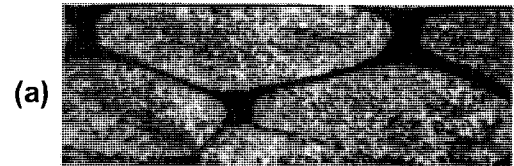
FIGURES

Double scale porous media

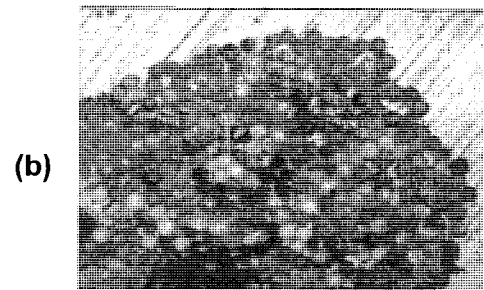
Fabric porosity is a
double scale parameter



Woven Fabric



Macroscopic scale



Microscopic scale

Figure 2.1 Fibrous reinforcements possess the structure of a dual scale porous medium: a) macroscopic voids can be observed between fiber tows; and b) microscopic voids exist between filaments.(a) and (b) were extracted with permission from [12]

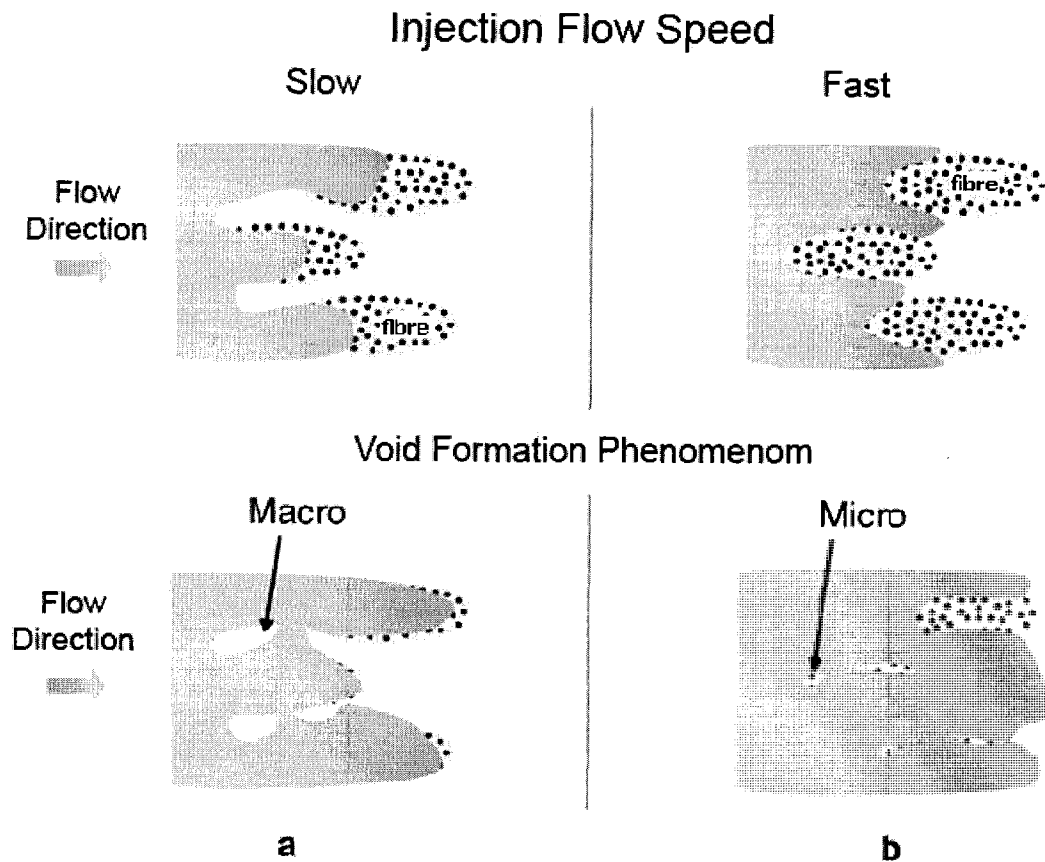


Figure 2.2 Impregnation mechanisms in a dual scale porous medium: (a) formation of macroscopic voids due to capillary forces (low resin velocity); (b) formation of microscopic voids due to viscous forces (high resin velocity).

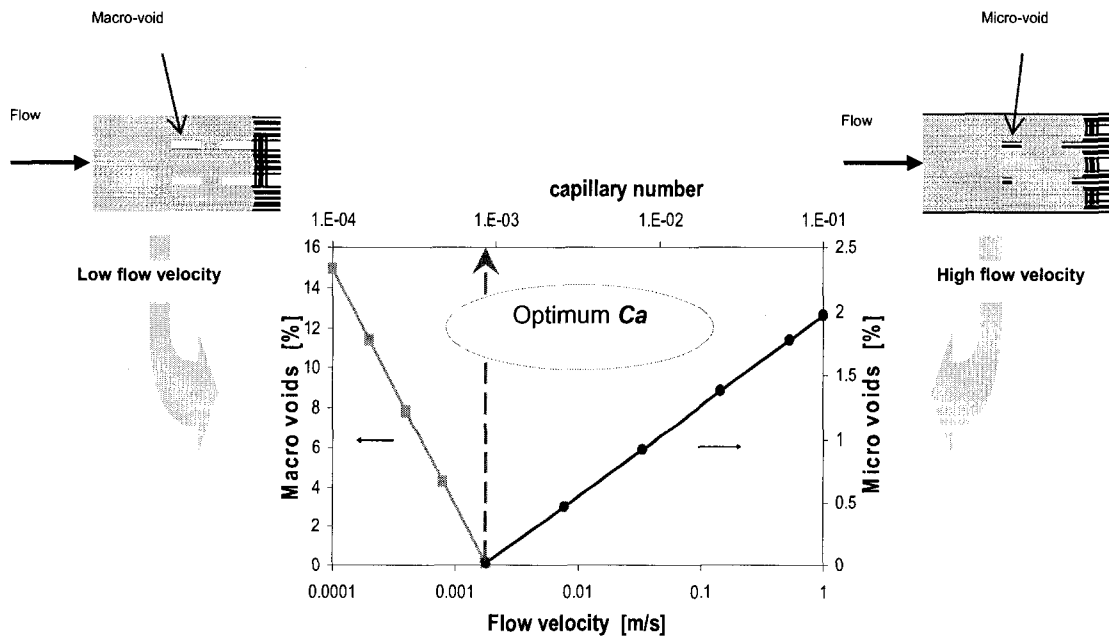


Figure 2.3 Macroscopic and microscopic void formation during fiber impregnation related to the flow velocity and capillary number (Ca). An optimum Ca corresponds to minimum void.

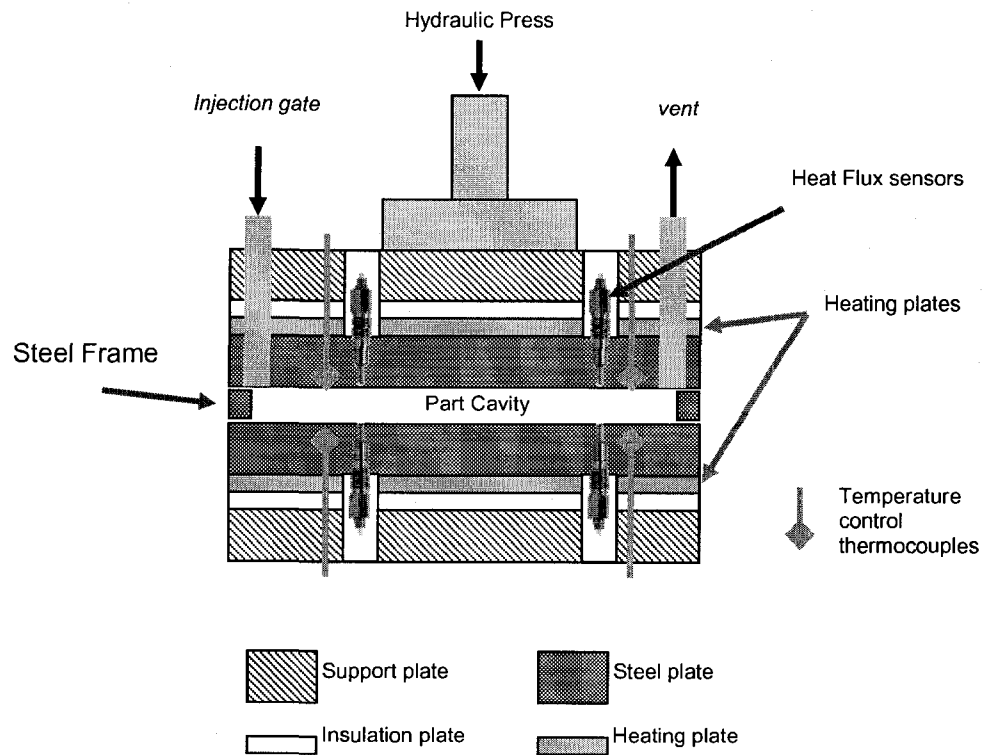


Figure 2.4 Schematic view of the heated RTM mold used to manufacture composite plates under controlled conditions.

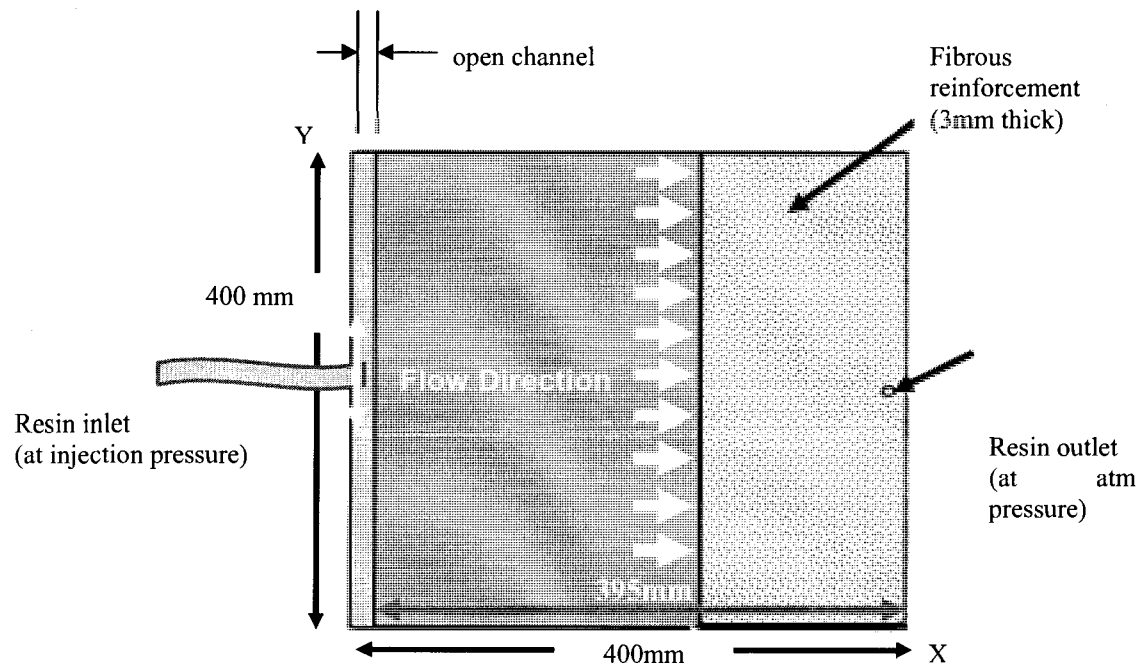


Figure 2.5 Schematical representation of the injection mold used to manufacture the composite plates. The resin impregnates the fibers in a unidirectional way.

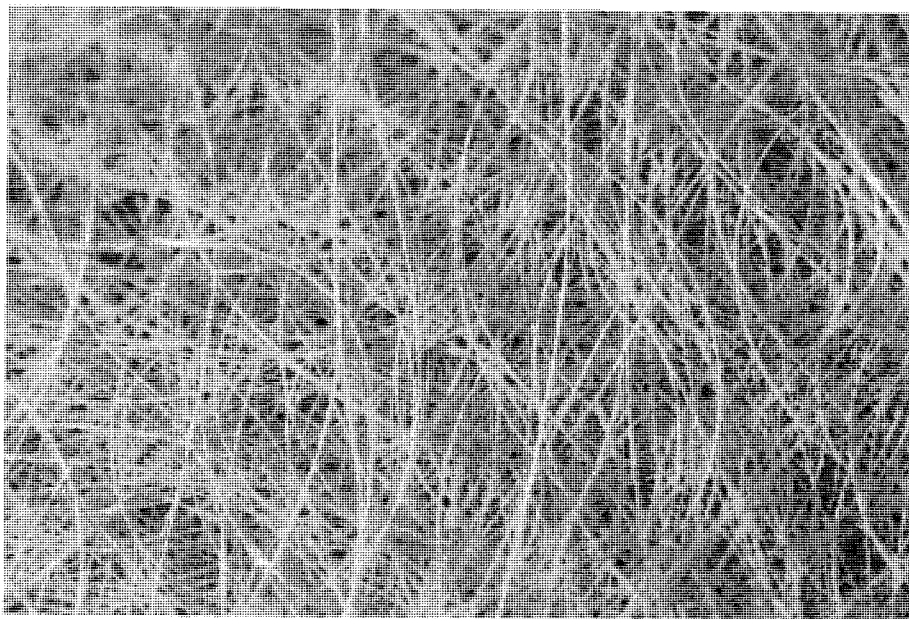


Figure 2.6 Picture of the mono-filament mat Unifilo U101 from Vetrotex.

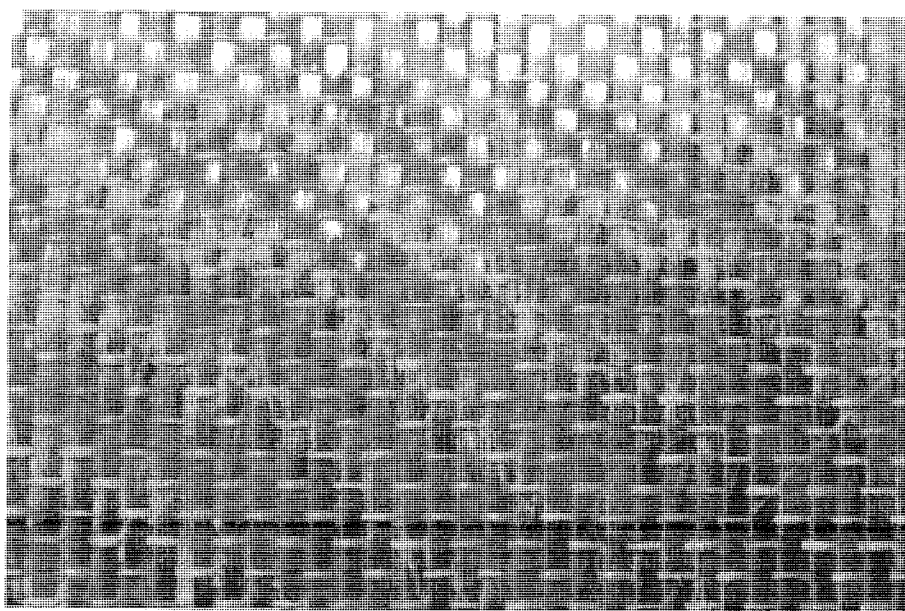


Figure 2.7 Picture of the JB Martin NCS (no crimp-stitch) 82620 fabric.

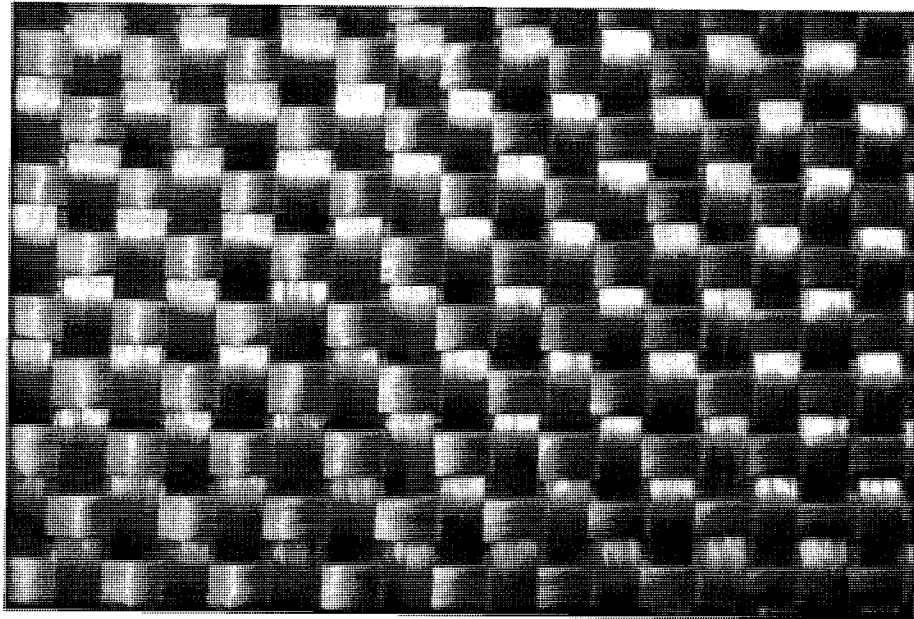


Figure 2.8 Picture of the Fiber Glass Industries Rovcloth 2454 woven fabric.

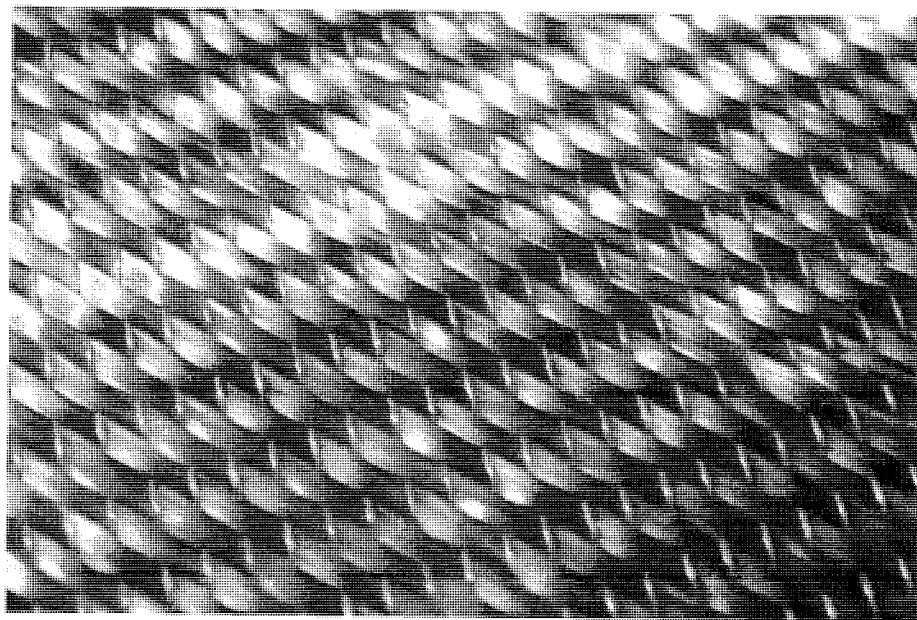


Figure 2.9 Picture of the Chomarot Roviplay multi-axial non-crimped LIBA stitch bonded fabric.

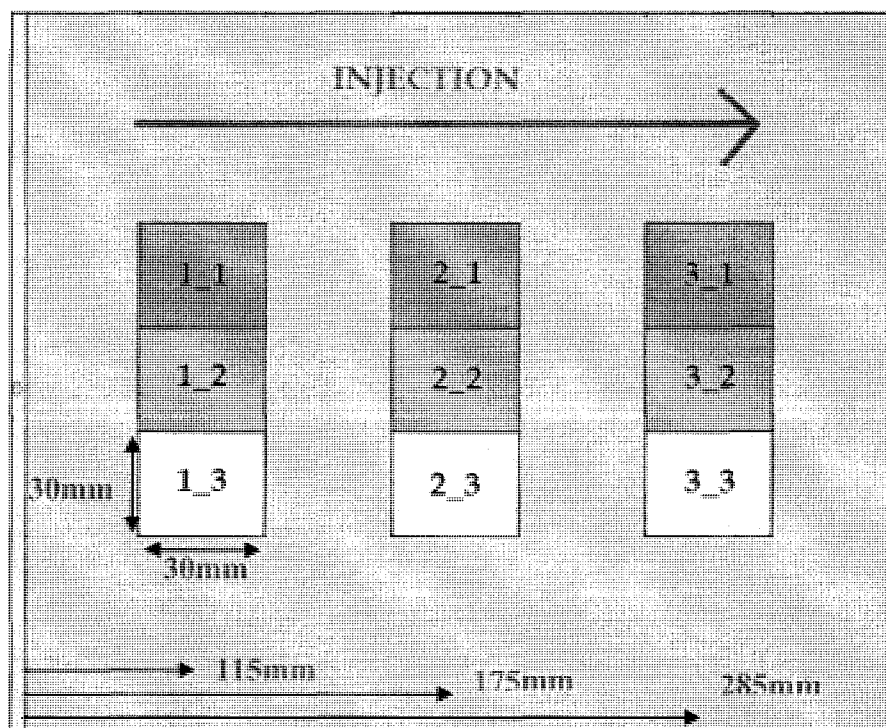


Figure 2.10 Location of the specimen taken along the resin flow direction to evaluate void content in plates manufactured at different injection pressures and flow rates.

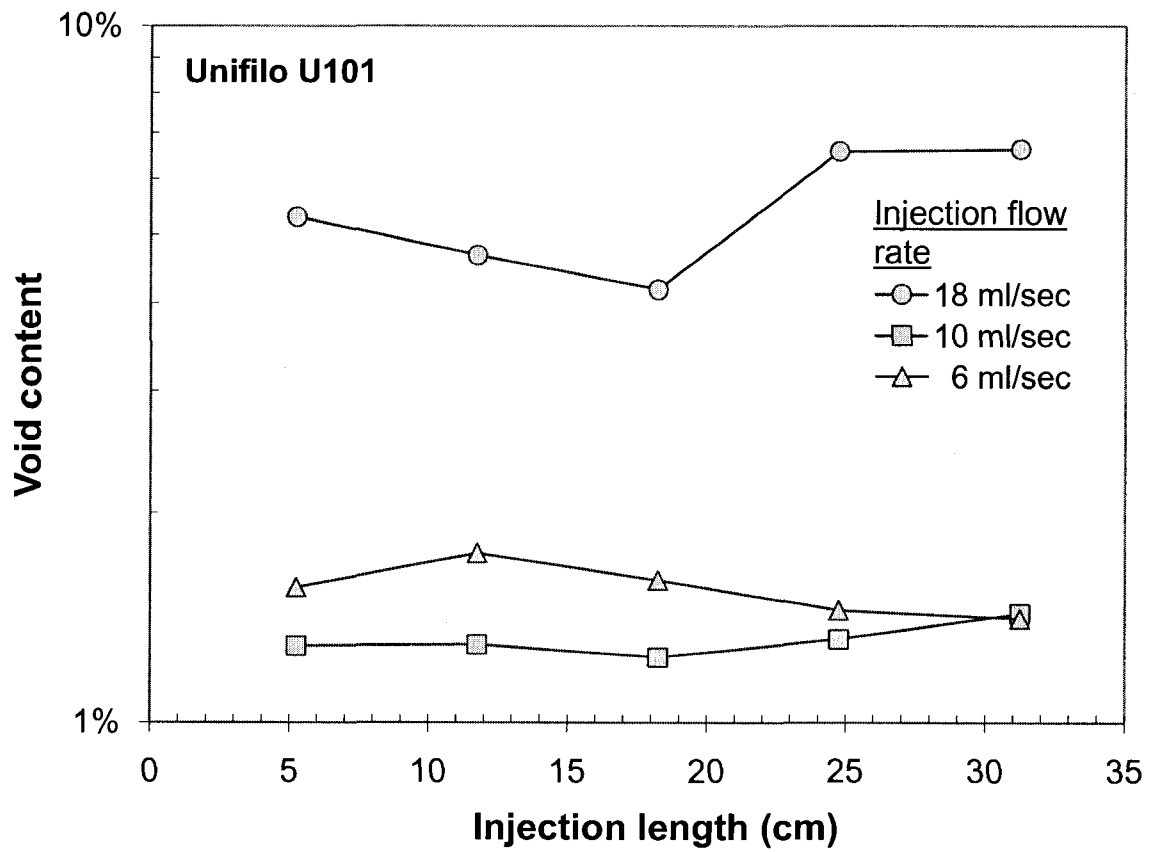


Figure 2.11 Distribution of void content along the length for a Unifilo U101/epoxy RTM composite sample injected at different flow rates.

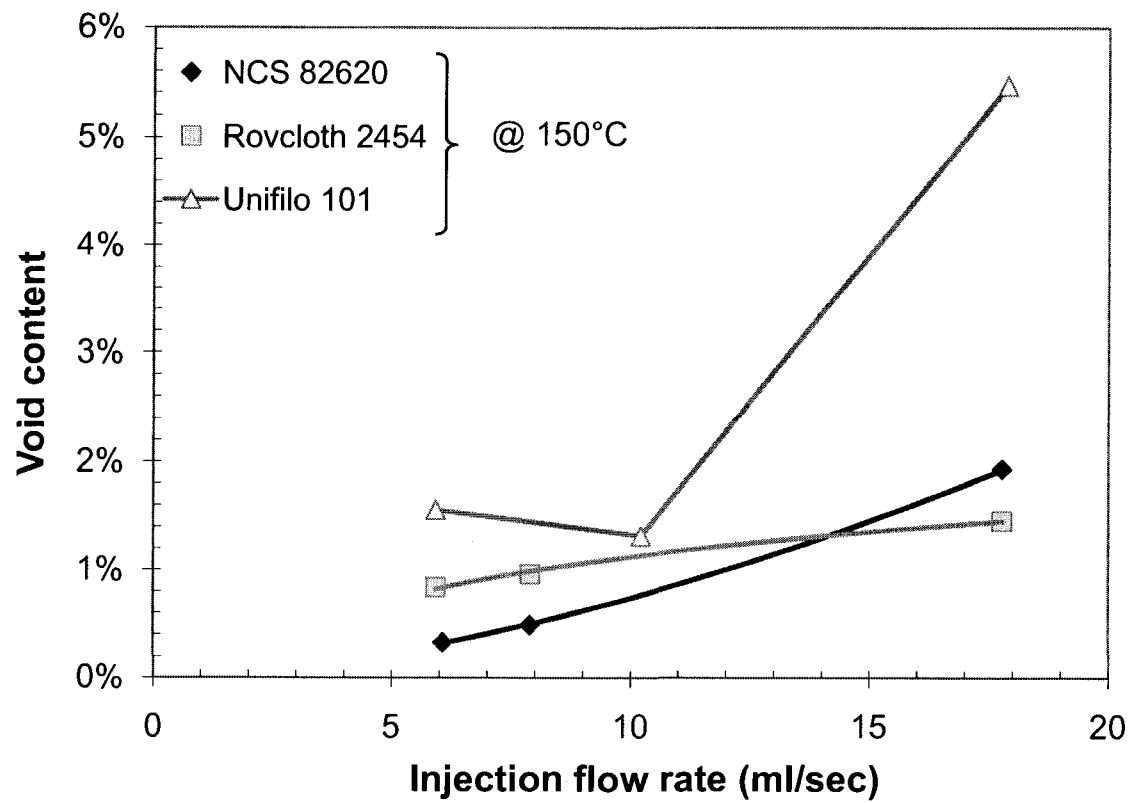


Figure 2.12 Measured void contents for the three reinforcements tested in the first plan of experiments. Injections were carried out at constant flow rates at 150°C.

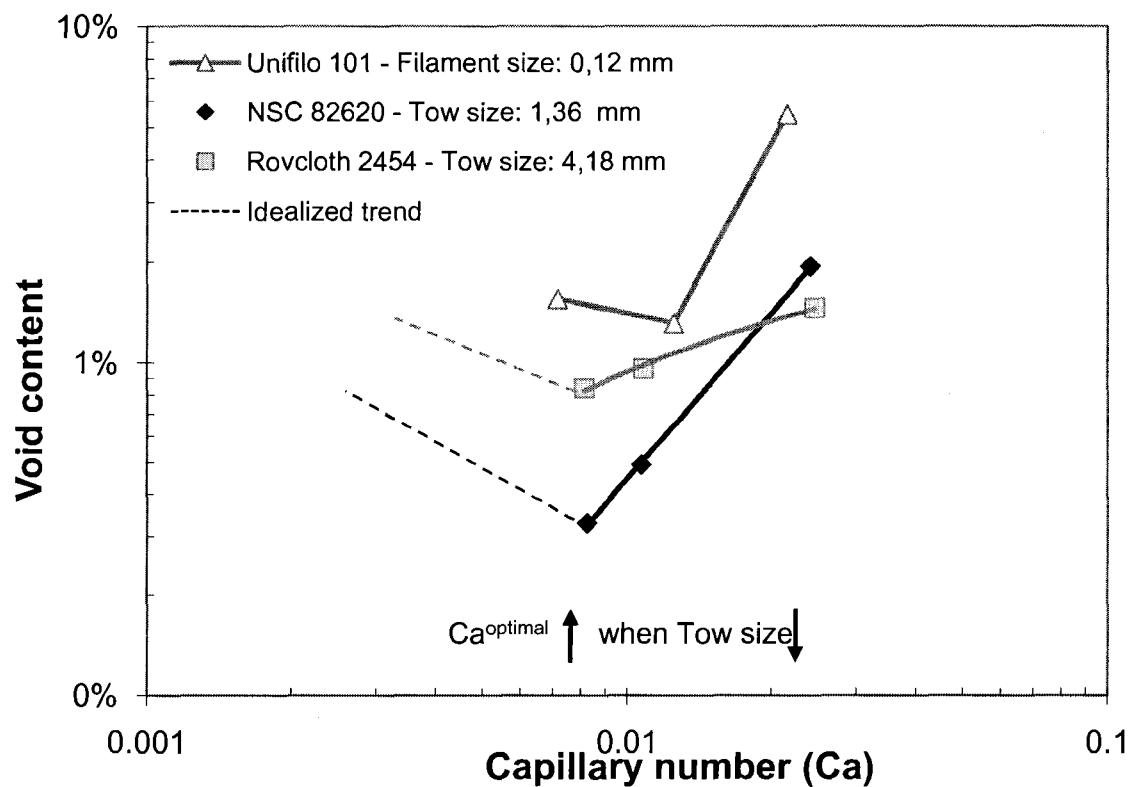


Figure 2.13 Void content as a function of capillary number for the reinforcements of the first plan of experiments. An optimal Ca can be observed for the Unifilo U101 resulting in a minimum percent of voids.

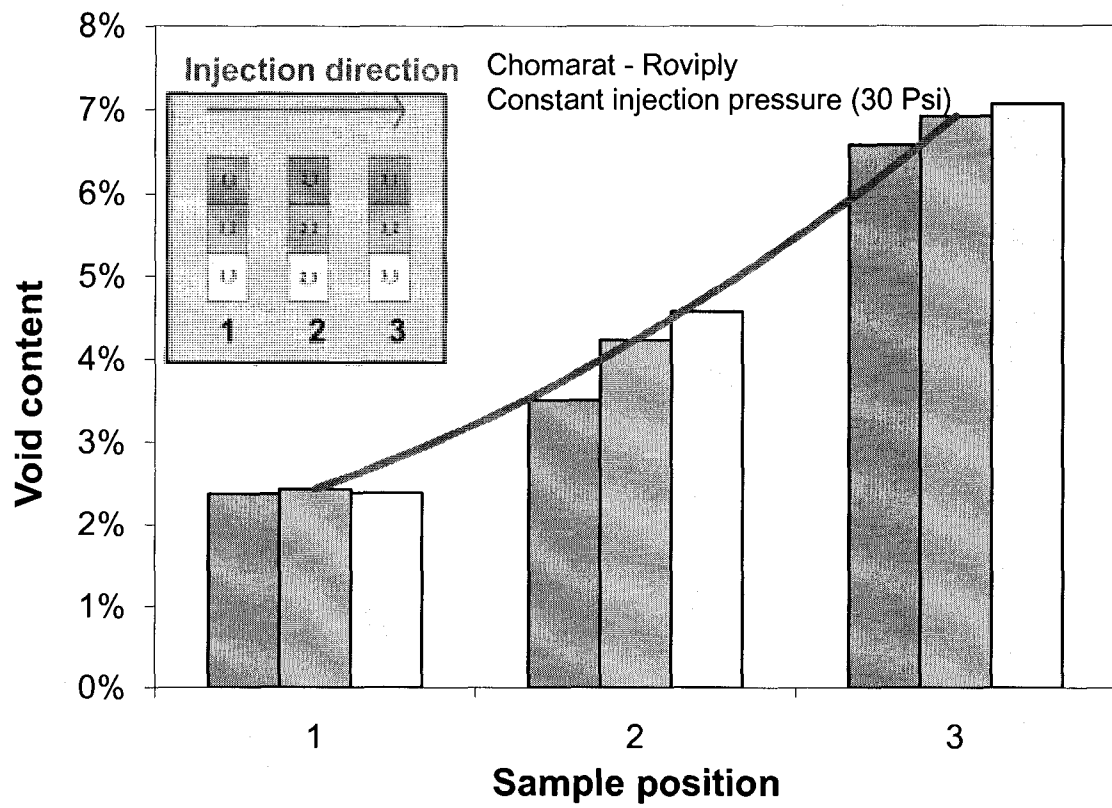


Figure 2.14 Void formation along the flow direction for an injection at constant pressure. The void content increases exponentially from the injection port (sample 1) to the vent (sample 3).

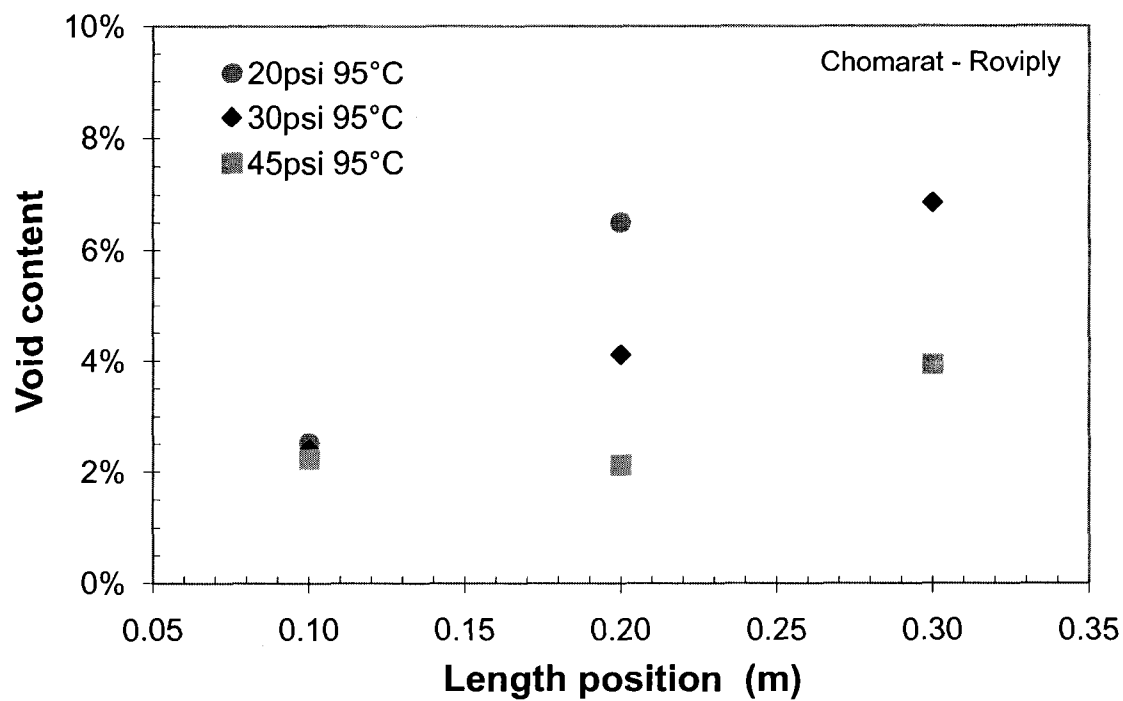


Figure 2.15 Void content along the length of the sample for injections at different constant pressures. The 20 and 30 Psi injections result in higher void content than the injection at 45 Psi.

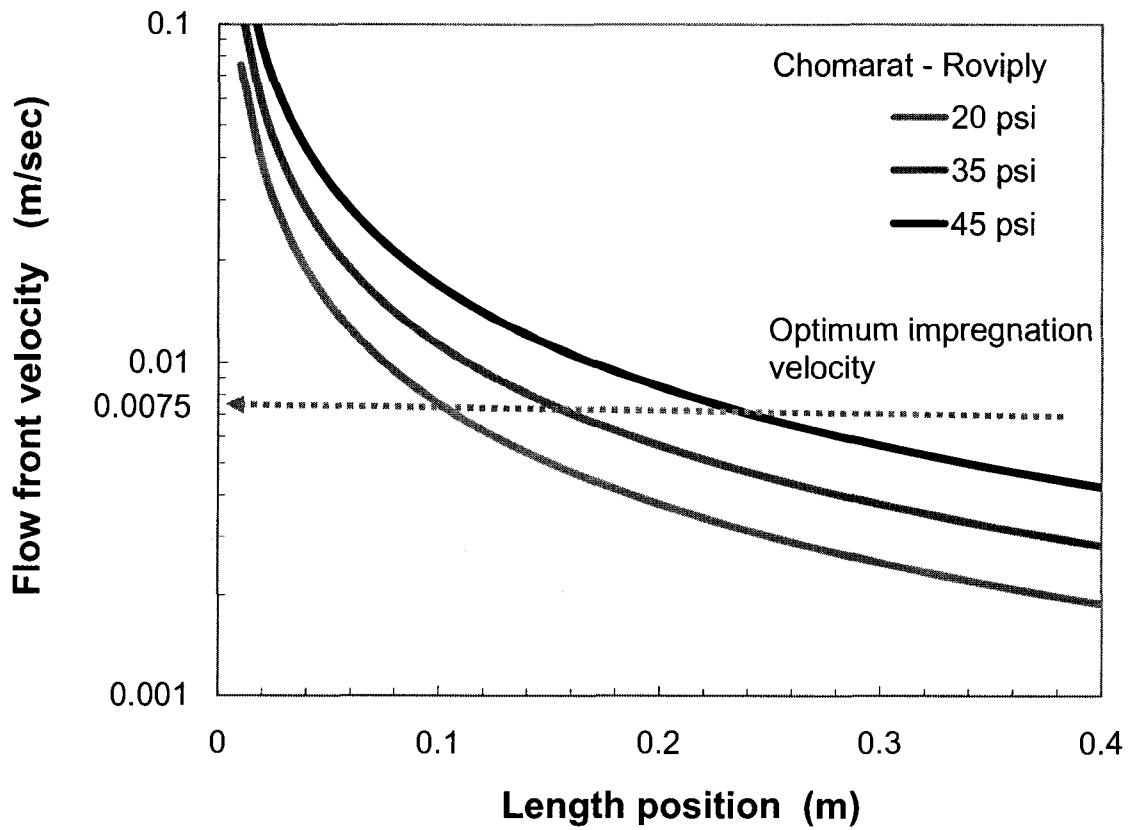


Figure 2.16 Calculated velocities of the resin front for the three constant injection pressures considered (20, 30 and 45 Psi). Darcy's law (equation 5) has been used to calculate the flow front velocity along the length of the composite plates.

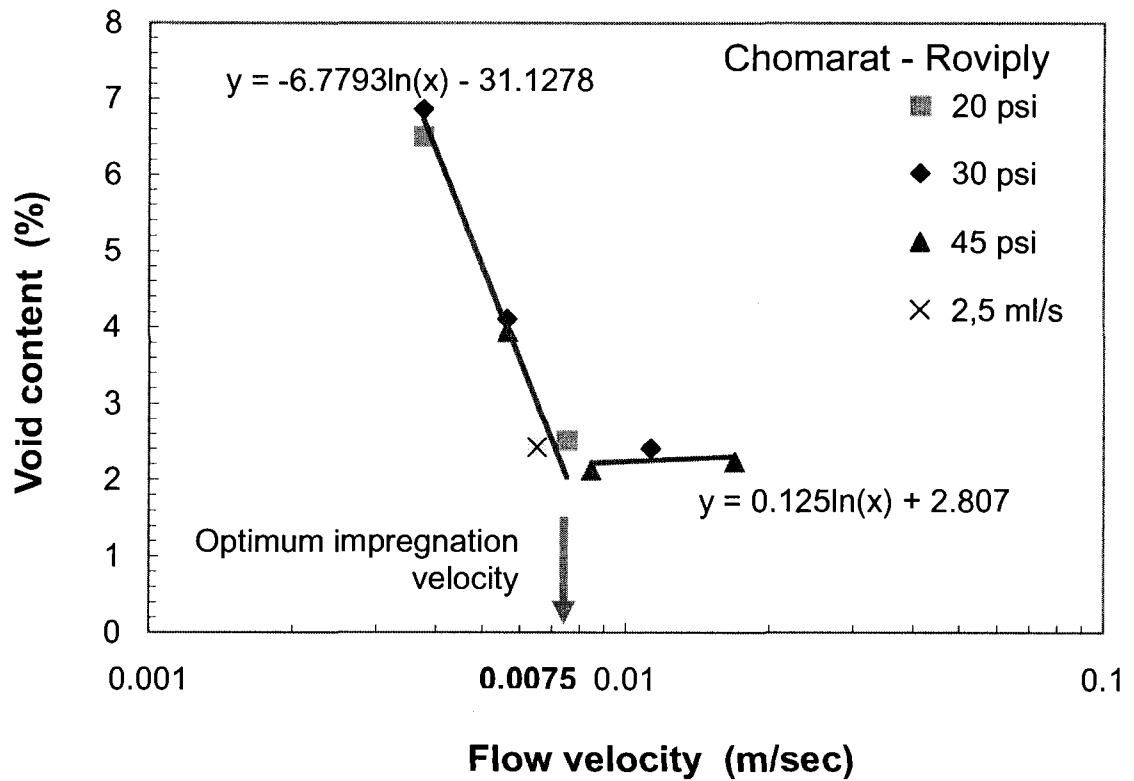


Figure 2.17 Void formation model obtained from experimental void contents (Figure 2.15) and numerical resin velocities (Figure 2.16). An optimum impregnation velocity of 0.0075m/s gives the minimum void content.

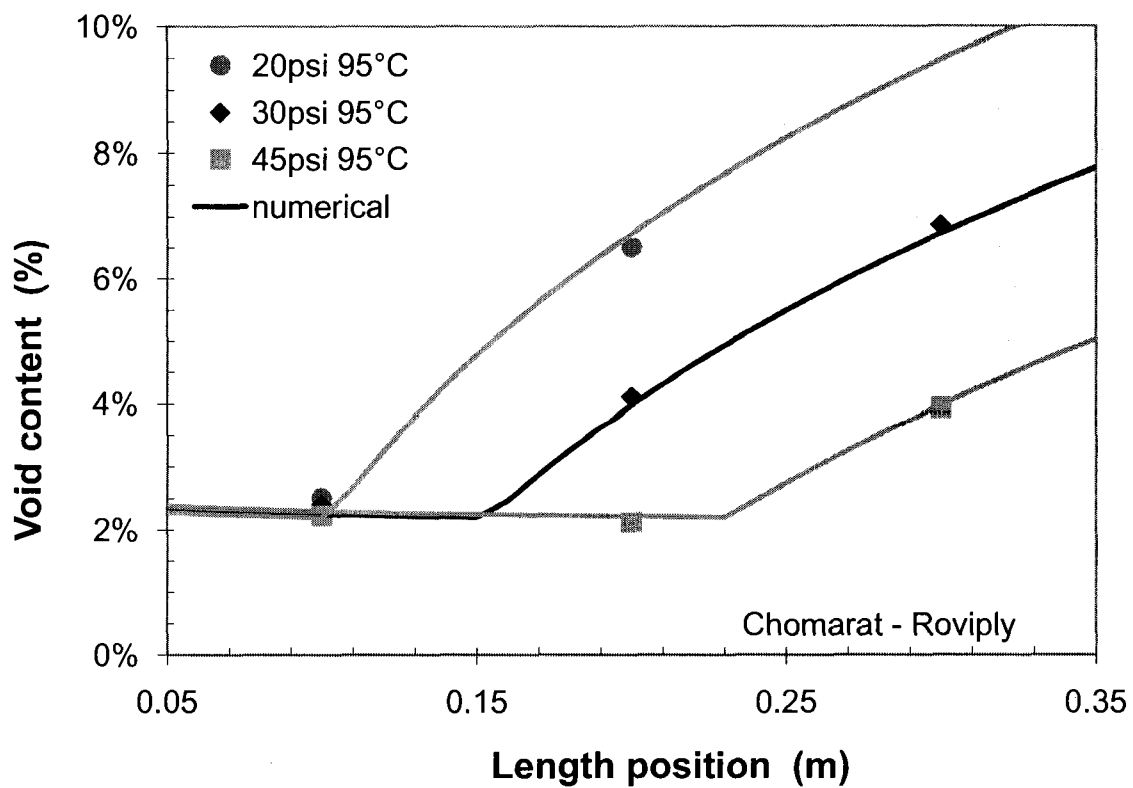


Figure 2.18 Numerical predictions of void formation for the plates manufactured in the second plan of experiments. The model of Figure 2.17 has been coupled to Darcy's law (equation 5).

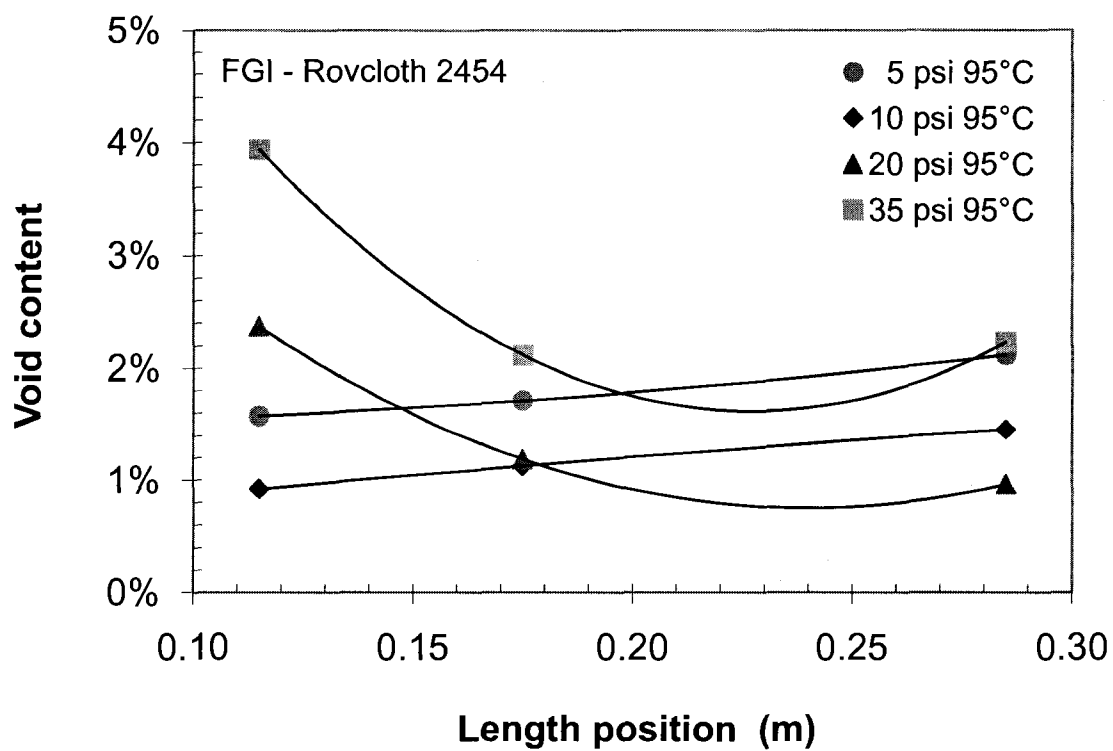


Figure 2.19 Distribution of void content along the length of the samples for the third plan of experiments. Injections at different constant pressures show two types of behavior, one below 10 Psi and one above 20 Psi.

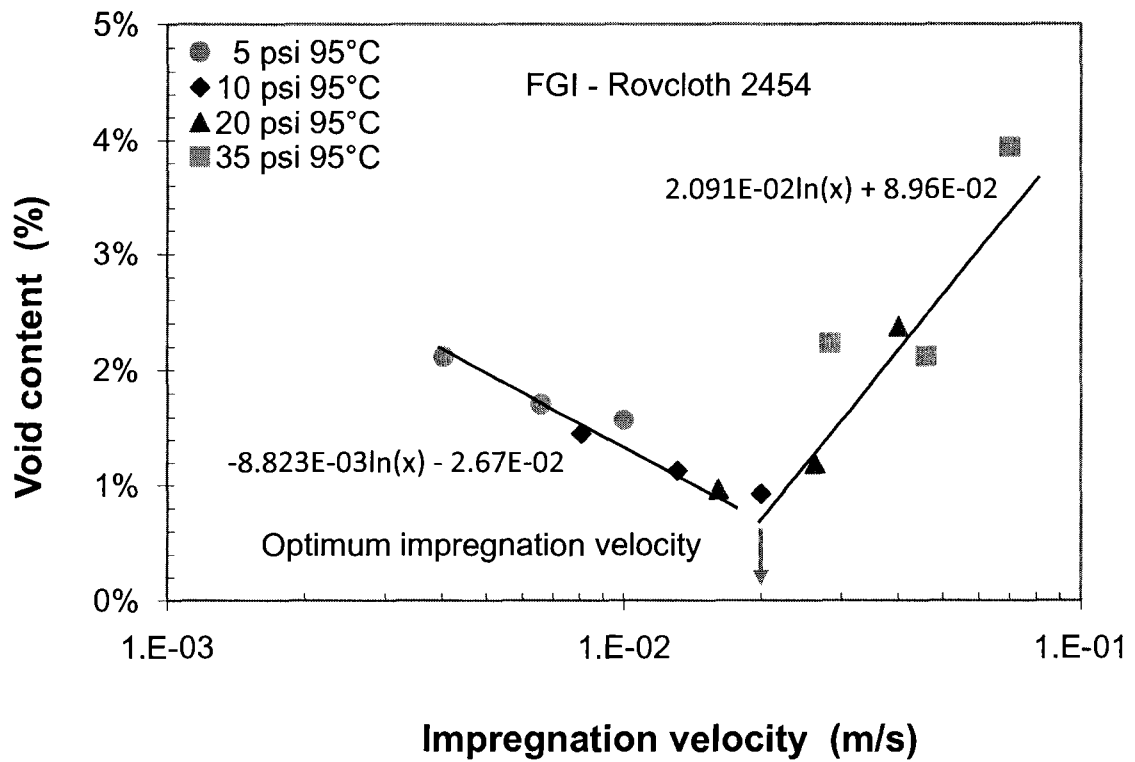


Figure 2.20 Void formation model obtained from the third plan of experiments. An optimum impregnation velocity of 2E-2m/s is found for minimum void content.

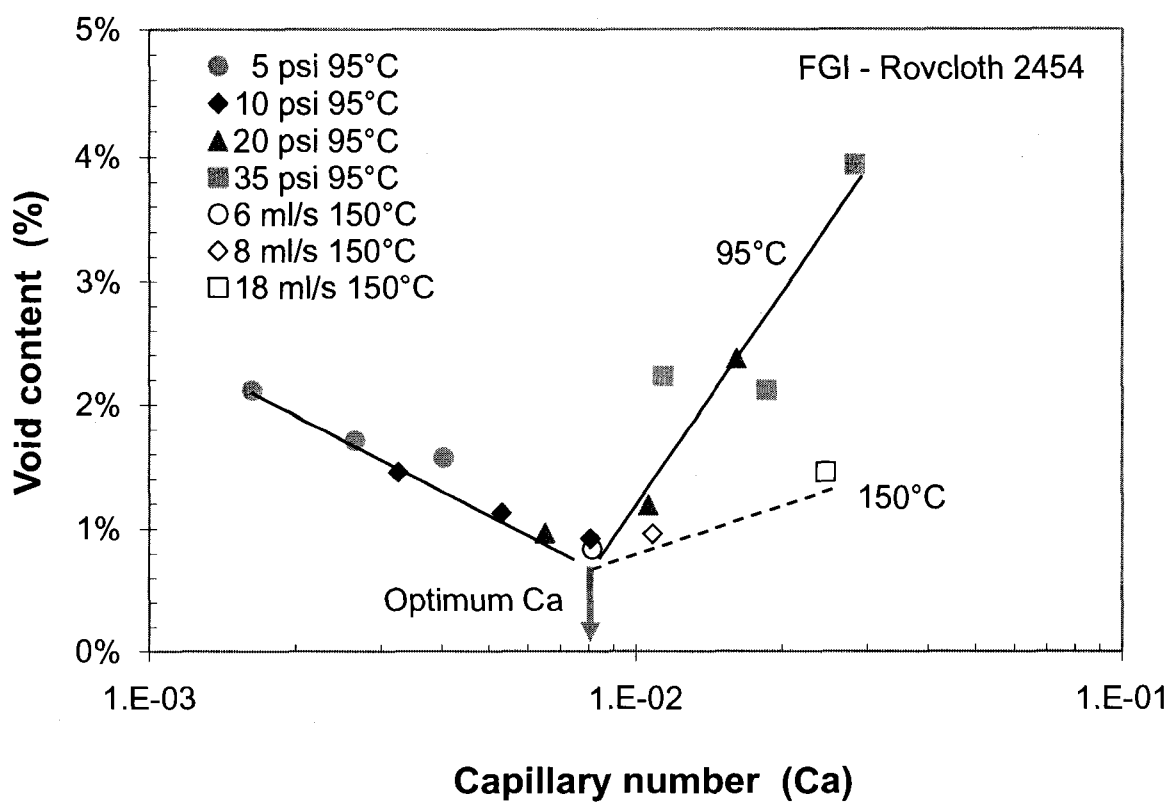


Figure 2.21 Voids formation at different temperature as a function of Ca for the Rovcloth 2454

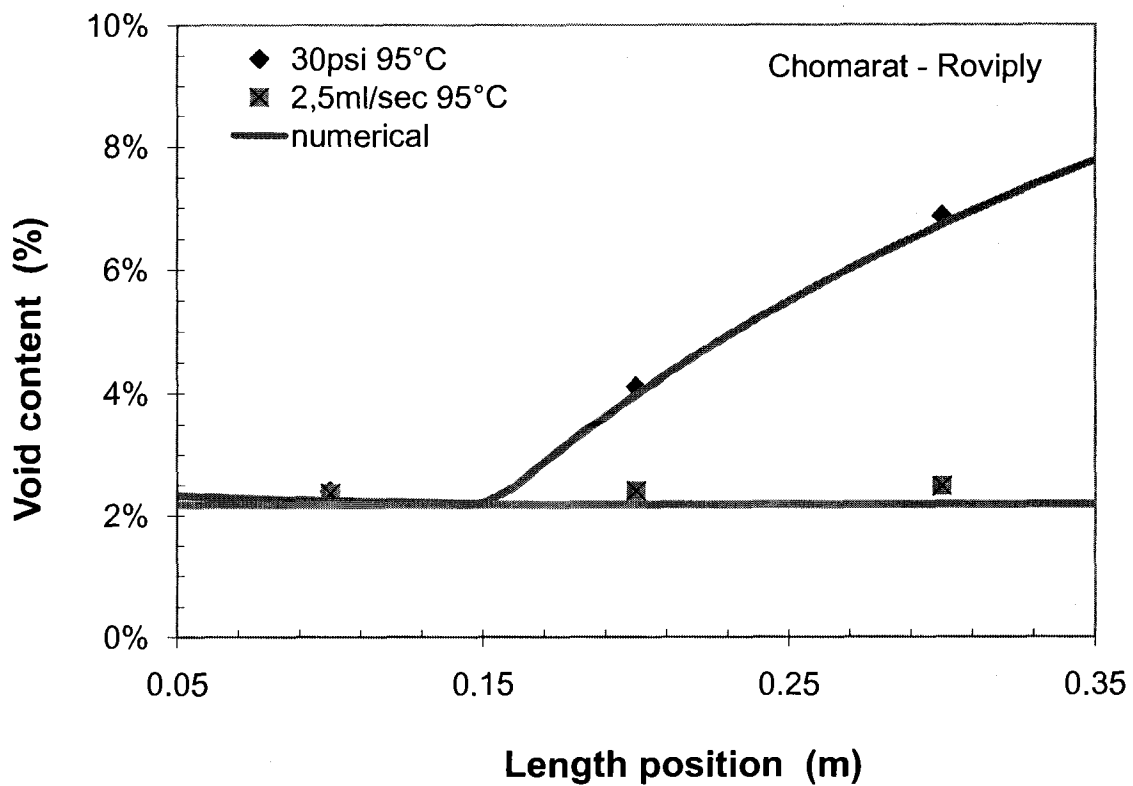


Figure 2.22 Comparison of void distribution between injections at constant pressure and constant flow rate for the Chomarat Roviply reinforcement. A filling time of around 70 seconds was obtained for both injections.

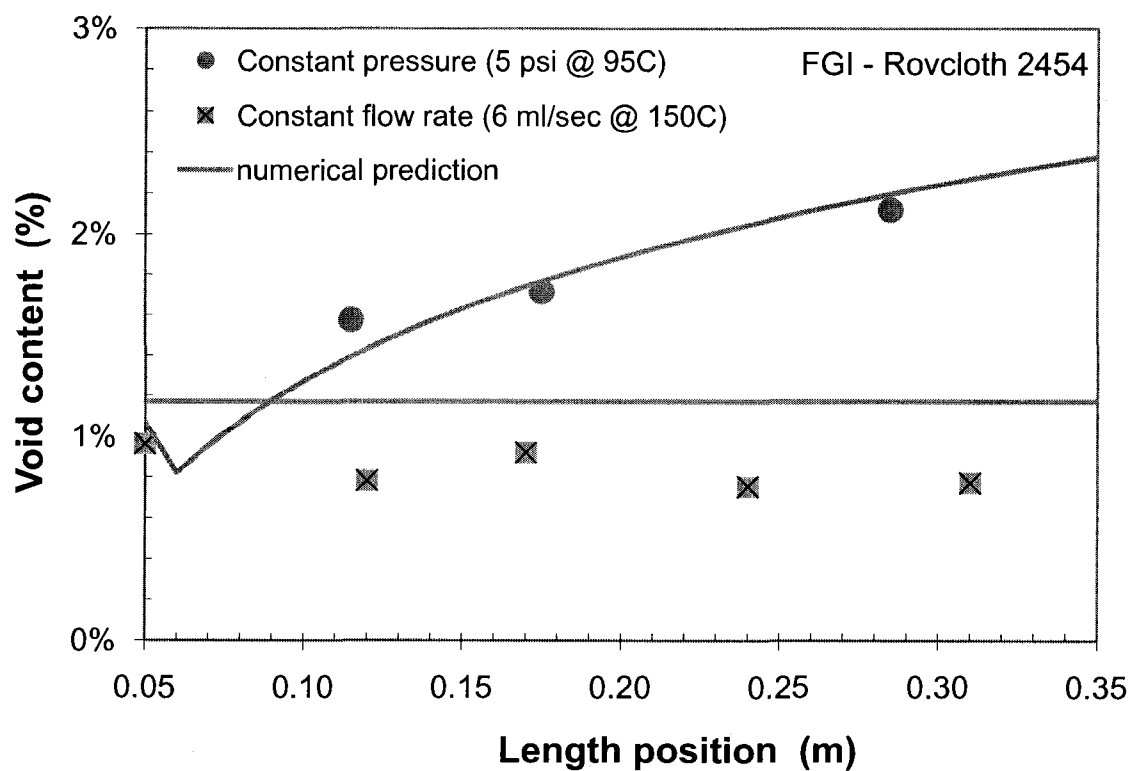


Figure 2.23 Comparison of void distribution between an injection at constant pressure and an injection at constant flow rate for the FGI-Rovcloth 2454 fabric. A filling time around one minute was obtained for both injections.

CHAPITRE 3

ARTICLE 2: POROSITY REDUCTION USING OPTIMIZED FLOW

VELOCITY IN RESIN TRANSFER MOLDING

PART II: VOIDS AND MECHANICAL PROPERTIES

Présentation du chapitre

Le deuxième volet de ce travail poursuit l'étude des paramètres d'injection afin de démontrer le lien entre la formation de porosités et les propriétés mécaniques résultantes. Les résultats expérimentaux d'essais de traction réalisés en laboratoire sont présentés et utilisent des échantillons semblables à ceux utilisés pour réduire le taux de vide dans la partie 1 de ce travail. Une analyse expérimentale permet de démontrer l'effet des paramètres d'injections sur les propriétés mécaniques. De plus, un modèle numérique a été développé permettant de prédire la diminution des propriétés mécaniques en fonction du taux de vide. À l'aide de ce modèle et des résultats obtenus de la partie expérimentale, il est maintenant possible d'indiquer pour un taux de vide similaire, lesquels des macro ou micro porosités sont les plus dommageables sur les propriétés mécaniques du composite.

Porosity Reduction using Optimized Flow Velocity in Resin Transfer Molding

Part II: Voids and Mechanical Properties

Jean Sébastien Leclerc and Edu Ruiz

Chair on High Performance Composites (CCHP),

Research Centre on Plastics and Composites (CREPEC)

École Polytechnique, Montréal (Québec) H3C 3A7 <http://cchp.meca.polymtl.ca>

3.1 Abstract

It is well known that manufacturing defects, such as voids and delaminations, have a detrimental effect on the mechanical performance of composite parts. The presence of voids within the laminate is a common source of micro-cracking that reduce short and long term mechanical properties. Voids are commonly found either at the interface between the matrix and fiber tows (macro voids) or inside the tows (micro voids). In recent years, researchers have analyzed different techniques to minimize these manufacturing defects. Throughout this work, the impact of voids on mechanical properties of composite plates is studied. The composite plates were manufactured by Resin Transfer Molding (RTM) using different constant injection pressures. An experimental test plan was carried out in order to relate void formation to tensile

properties. Furthermore, a model is presented to help predict the diminution of mechanical properties with the percent of macro and micro voids. The performance of RTM injection is finally discussed in terms of void formation and resultant mechanical properties.

Keywords: Liquid composite molding, RTM, Voids formation, Composite properties, Resin injection

3.2 Introduction

Macro and micro voids are commonly found in composite parts. These voids are source of residual stresses and moisture absorption which leads to a dramatic decrease in fatigue life of structural parts in service. For this reason, the aeronautical industry has limited the content of voids in composite parts to a maximum of 1%. Many researchers have investigated the effects of voids in laminates and studied their impacts on mechanical properties [1-11]. Most of these studies have been carried out on prepreg composites requiring autoclave cure. Studying the cure cycle of carbon/epoxy laminates, researchers found out that autoclave pressure has a non-negligible effect on the formation and size of voids. These voids formed within the laminate resulted in a lower interlaminar shear strength (ILSS) [3,4]. Researchers concluded that the presence of voids strongly impair the mechanical properties of the laminate [3-7]. Ghiorse [7] found that a void presence of only 2% can cause a 20% drop in both interlaminar shear and flexural strengths and a 10% drop in flexural modulus.

Price of prepregs being at the high end of composite materials, industries are now overlooking alternate techniques to produce high performance composites without sacrificing the quality and structurality of the parts. Liquid composite molding (LCM) is a widely used technique for the manufacturing of high performance composites. Resin Transfer Molding (RTM) technique consists of placing a dry reinforcement into a mold

cavity, closing the mold and injecting a liquid resin that will impregnate the fibers before it cures and solidifies. In RTM, voids and dry spots are commonly formed due to incorrect injection conditions that lead to an improper impregnation of the reinforcement. Partial impregnation of the fiber bed creates voids in the part and as a result, reduces its mechanical properties and surface quality [8,9]. Formation of voids trapped between or within the fiber tows leaves unwanted defects. Those defects can either be found at the interface between a fiber tow and the matrix (macro void) or inside the fiber tows (micro void). Nevertheless, voids are defects that need to be minimized since they are sites where a crack can initiate and propagate at a faster rate.

This investigation focuses on studying the effects of the injection parameters on tensile properties of a fiberglass/epoxy laminate manufactured by RTM. This work is based on the approach presented in Part I which relate void formation to the local fluid velocity and injection pressure. It has been observed from the relationship developed in Part I of this investigation that an optimum resin velocity exists so that macro and micro voids formed during impregnation are minimized. In this work, an experimental test plan has been carried out with injections at different constant pressures. The plates manufactured under these conditions were mechanically tested in order to relate the void formation to the resultant mechanical properties. Finally, a model has been developed to predict the decrement in tensile properties of RTM parts as a function of void content.

3.3 Materials and manufacturing conditions

To investigate the impact of injection conditions on void formation and its effects on mechanical properties, composite plates were manufactured in the heated RTM mold described in Part I of this investigation. To control and keep track of the quality of the manufactured parts, thermocouples and heat flux sensors were inserted at precise locations into the mold to respectively regulate the temperature and measure the reactivity of the resin. Since RTM requires pressure to inject the resin and consolidate the composite, the steel cavity was clamped with an hydraulic press enabling a constant closure condition for all experiments. The steel mold was treated with a release agent (Frekote 700, Henkel Corporation) prior to plates manufacturing. A fibrous reinforcement was placed into the cavity before mold closure.

To conduct this study, preforms of 395 x 400 mm of Rovcloth 2454 fabric (FGI) were used at a fiber volume fraction (V_f) of 40%. Resin was degassed at 60°C for an hour prior to injection. Injections were carried out at constant pressures varying from 10 to 35 Psi. Plates were injected and cured at 95°C and then post-cured at 150°C during 6 hours. Test conditions for each experiment are summarized in Table 3.1.

3.4 Void content measurements

To determine the void content of specimens taken from the composite plates, the ASTM-D3171-06 test method was applied. In accordance with this standard, void content was calculated in the following form:

$$X_v = 1 - \frac{(\rho_{water at T_o})M_A(\rho_f + (M_{CF} - M_C)(\rho_M - \rho_F))}{(M_A - M_W)\rho_F\rho_M} \quad (1)$$

where X_v is the total percentage of voids, M_A the weight of the specimen in air, M_W the weight of the specimen in distilled water, M_C the weight of the cup to used for the pyrolysis of the resin, M_{CF} the weight of the cup and fiber, ρ_M the matrix density and ρ_f the fiber density.

To evaluate void distribution in the RTM plates; specimens were taken along the length following the flow front position. As shown in Figure 3.1, three positions along the length were chosen at 115, 175 and 285 mm for the void content measures. Three samples of 30 x 30 mm were cut at each position to ensure reproducibility of the results. Once cut, all samples were dried for 48 hours at 45°C to eliminate moisture that could affect the precision of our measurements. Void content was then calculated by

measuring the density of the composite specimens before and after burning out the matrix at 550°C for 2 hours and using equation 1.

3.5 Tensile properties

Tensile properties were measured in accordance to ASTM D3039M standard. To investigate the effect that voids have on mechanical properties of composites, various test samples were cut in the fiberglass/epoxy plates manufactured by RTM. As shown in Figure 3.1, test samples were chosen along the length of the plates, at 145, 205 and 255 mm. Following ASTM D3039M, samples were sized in 300 mm long, 30 mm in width and 3 mm thick. Aluminum tabs were bonded with a two part epoxy adhesive at each end of the sample. All tests were conducted on a MTS machine with a head displacement speed of 2 mm/min at room temperature with a 50% \pm 10% relative humidity.

3.6 Analysis of results

As presented in Part I of this investigation, for a rectilinear RTM process injected at constant pressure, velocity of the flow front decreases along the length following a power function. It was also demonstrated in Part I that void formation is strongly related to the impregnation velocity of the resin. In this second part, specimens were taken at three specific locations along the length of the plate. To do so, injections were carried out at constant pressures of 5, 10 and 20 Psi with the Rovcloth 2454 fabric as the reinforcement. Figure 3.2 shows the variations in tensile modulus along the length of the composite plate for the different injection pressures. For low injection pressures (below 10 Psi), the elastic modulus is higher near the inlet than at the outlet of the plate. This phenomenon seems to be inversed at high injection pressure (at 20 Psi) when the elastic modulus increases as the flow progress from the gate to the vent.

Figures 3.3 to 3.5 show a comparison of the void content and elastic modulus along the injected length for three injection pressures: 5, 10 and 20 Psi respectively. It can be observed in each case that a diminution in elastic modulus can be associated to an increment in the content of voids. As shown on Figure 3.3 for an inlet pressure of 5 Psi, as the void content increases by 0.5% along the length of the plate, the elastic modulus decreases by as much as 5%. For the plates injected at 10 Psi (see Figure 3.4), a void content of 0.86% was measured at the inlet (i.e., at 115 mm) while the elastic modulus at this position was of 7 GPa. Near the vent (i.e., at 285 mm), the elastic modulus has

decreased to 6.4 GPa due to an increment in the void content (up to 1.5%). Similar results are observed for the injection at 20 Psi (see Figure 3.5). As described in Part I of this work, void formation can be related to the local resin velocity or impregnation velocity. Figure 3.6 shows the variation in void content formed during impregnation of the fibers at different injection pressures. At low resin velocities (i.e., below $2\text{E-}2$ m/s), macro voids are formed between fiber tows due to dominant capillary forces. At high resin velocities, viscous forces are dominant inducing the formation of micro-voids within the fiber tows. It has been previously demonstrated that an optimal impregnation velocity exist so that void content is minimized (i.e., $2\text{E-}2$ m/s).

In a similar approach, tensile properties can be related to the local impregnation velocity as shown in Figures 3.7 and 3.8. The tensile modulus increases with the impregnation velocity up to a maximum at $2\text{E-}2$ m/s (see Figure 3.7). It can be observed that macro and micro voids affect the tensile modulus in different manners. As indicated by the tendency lines, the slope at the macro voids region has a value of 0.526 while the slope at the micro voids region has a much higher value of 0.88. This indicates that macro voids found between fiber tows have a higher impact on mechanical properties than micro voids (found within the tows). Similar results were also obtained for the tensile strength (see Figure 3.8).

It can finally be observed that an optimal impregnation velocity exists so that mechanical properties are maximized. This optimal impregnation velocity obtained for the mechanical properties is similar to the one witnessed for the minimization of the macro and micro voids (i.e., $2\text{E-}2$ m/s). The same optimal impregnation velocity indicates that by minimizing the content of voids within a part will result in the maximization of its mechanical properties.

The previous statement can be confirmed by linking the tensile properties to the content of voids as illustrated in Figures 3.9 and 3.10. For both properties, tensile modulus and tensile strength decrease while void content increases. As shown in Figure 3.9, the tensile modulus is affected in a similar way by either macro or micro voids. This can be seen by a single master curve that fits all experimental data obtained at different injection pressures. The tensile modulus has decreased from 7.1 GPa at 0.8% of voids down to 6.3 GPa for 2% of voids (i.e., a diminution of 11%). Macro and micro voids seem to affect in a different manner the tensile strength of the laminates. As depicted in Figure 3.10, tensile strength is not only affected by the content of voids but also by its nature (i.e., macro or micro). A diminution of the tensile strength from 330 MPa down to 270 MPa (i.e., 18%) is observed for composites containing 2% of voids.

3.7 Modeling the elastic properties

Researchers have model the variation of mechanical properties with regards to the void content for autoclave composites [3]. Olivier et al. found that a simple power law function can be used to predict the diminution of flexural properties with the amount of voids within the laminate. In this work, two power law models are presented for the prediction of tensile properties in RTM composites. The tensile modulus E and tensile strength σ can be model in the following form:

$$\frac{E}{E_o} = A_E * e^{B_E * x} \quad (2)$$

$$\frac{\sigma}{\sigma_o} = A_T * e^{B_T / x} \quad (3)$$

where:

E is the tensile modulus (GPa),

E_o is the tensile modulus at 0% of voids (GPa),

σ is the tensile strength (MPa),

σ_o is the tensile strength at 0% of voids (MPa),

x is the void content in % and

A and B are model constants.

Equations (2) and (3) can be used to predict the diminution of tensile properties according to the content of macro or micro voids. Figures 3.11 and 3.12 show a comparison of predicted and measured properties as a function of macro and micro voids. Note that experimental data has been divided into macro and micro according to

the region at which voids were formed. Macro and micro regions are consistent with Figures 3.6, 3.7 and 3.8 respectively. The parameters of the models plotted in Figure 3.11 and 3.12 are reported in Table 3.2. A good agreement is observed between numerical data and experimental results for both modulus and strength. For both properties, tensile modulus and tensile strength decrease while void content increases. As shown in Figure 3.11, the proposed model (equation 2) predicts a diminution in tensile modulus which follows the experimental data trend of tensile modulus measurements. The proposed model is capable of representing the effects of either macro or micro voids have on resultant tensile modulus. This can be seen by a single master curve that fits all experimental data obtained at different injection pressures. Macro and micro voids seem to affect in a different manner the tensile strength of the laminates. As shown in Figure 3.12, tensile strength is not only affected by the content of voids but also by its nature (i.e., macro or micro), as seen in Figure 3.10. A small content of micro-voids seems to greater affect the tensile strength of composites than a small content of macro voids. It can be assumed that the crack initiation during tensile test develops at the micro void interface resulting in a fracture rate higher as a crack initiation at a macro void interface.

3.8 Conclusion

Through this investigation, an experimental analysis was conducted on the Rovcloth 2454 fabric to study the impact of injection conditions on mechanical performance of RTM parts. It has been observed that injection parameters have a direct impact on overall part quality and mechanical performance. Both criteria are strongly dependent of macro and micro voids within the part. Moreover, unequal void distribution along the part may induce unnecessary localized defects affecting the structural integrity of the composite.

A plan of experiment was carried out in order to relate void formation to tensile properties of RTM composites. In order to relate the data presented in Part I of this investigation to the experimental data generated throughout this second part, the same manufacturing equipment was used. Materials and injection conditions were also kept constant.

In an effort to relate void content and tensile properties, samples were taken from the composite plates and tested on a MTS traction machine. With the combination of void measurements and tensile tests, a relation was made between void presence in the part and their impact on mechanical properties. This analysis also showcased that for a

similar void content obtained at different injection pressures, tensile strength differs due to the form voids takes, either macroscopic or microscopic. A model was finally proposed to predict the variations in tensile properties due to the presence of voids. The trend observed confirmed that the size of voids, either macro or micro, has different effects on tensile strength.

By cumulating all the data generated through this investigation, it is fair to conclude that injection parameters have non-negligible effects on the quality and performance of composite parts. Proper injection conditions not only lead to a part with fewer voids but also lead to a high quality and high performance part. Either in autoclave or RTM processing, void are the number one defect to be avoided since it reduces fatigue life of composite parts. Many non-destructive testing methods are used in the industry to detect voids but still, the key to manufacturing high performance composites resides in the conditions in which they are made. With a greater control of all parameters and phenomena's, composite parts with less than one percent of voids are achievable.

3.9 Acknowledgements

The authors are grateful to the National Science and Engineering Research Council of Canada (NSERC), General Motors of Canada (GM Canada) and the *Fonds Québécois de Recherche sur la Nature et la Technologie* (FQRNT) for their financial support. The authors would also like to thank CREPEC (Centre de Recherche En Plasturgie Et Composites) for providing the research infrastructure and equipment.

3.10 References

1. Wang, B.C., et al., *Resin transfer moulded silica fibre/phenolics composites fabricated via solution impregnation route*. Materials Science and Technology, 2007. **23**(7): p. 869-874.
2. Ruiz, E., et al., *Optimization of injection flow rate to minimize micro/macro-voids formation in resin transfer molded composites*. Composites Science and Technology, 2006. **66**(3-4): p. 475-486.
3. Olivier, P., J.P. Cottu, and B. Ferret, *Effects of Cure Cycle Pressure and Voids on Some Mechanical-Properties of Carbon-Epoxy Laminates*. Composites, 1995. **26**(7): p. 509-515.
4. Liu, L., et al., *Effects of cure cycles on void content and mechanical properties of composite laminates*. Composite Structures, 2006. **73**(3): p. 303-309.
5. Jeong, H., *Effects of voids on the mechanical strength and ultrasonic attenuation of laminated composites*. Journal of Composite Materials, 1997. **31**(3): p. 276-292.
6. Dealmeida, S.F.M. and Z.D.N. Neto, *Effect of Void Content on the Strength of Composite Laminates*. Composite Structures, 1994. **28**(2): p. 139-148.

7. Ghiorse, S.R., *Effect of Void Content on the Mechanical-Properties of Carbon Epoxy Laminates*. Sampe Quarterly-Society for the Advancement of Material and Process Engineering, 1993. **24**(2): p. 54-59.
8. Varna, J., et al., *Effect of Voids on Failure Mechanisms in Rtm Laminates*. Composites Science and Technology, 1995. **53**(2): p. 241-249.
9. Gawayed, Y.A., *The effect of voids on the elastic properties of textile reinforced composites*. Journal of Composites Technology & Research, 1997. **19**(3): p. 168-173.
10. Goodwin, A., C. Howe, and R. Paton. *The role of voids in reducing the interlaminar shear strength in RTM laminates*. in *International conference on composites materials ICCM-11*. 1997. Gold Coast, Australia.
11. Rudd, C.D., *Liquid moulding technologies resin transfer moulding, structural reaction injection moulding and related processing techniques*. 1997, Cambridge, England, Warrendale, PA: Woodhead Publishing Limited. Society of Automotive Engineers.
12. Jian-Mao, T., I.L. Woo, and G.S. Springer, *Effects of cure pressure on resin flow, voids, and mechanical properties*. Journal of Composite Materials, 1987. **21**(5): p. 421-40.

3.11 Tables

Table 3.1. Experiments carried out at constant injection pressure with the FGI Rovcloth 2454

Experiment #	Reinforcement	Vf	Mold Temperature	Injection Pressure	Tow size
		%	°C	Psi	mm
FGI_01	FGI Rovcloth 2454	40	95	5	4.18
FGI_02	FGI Rovcloth 2454	40	95	10	4.18
FGI_03	FGI Rovcloth 2454	40	95	20	4.18
FGI_04	FGI Rovcloth 2454	40	95	35	4.18

Table 3.2. Parameters of equations 2 and 3.

	A_E	B_E
Tensile modulus model	7.61	-8.45E-02
	A_T	B_T
Tensile strength model (macro-voids)	235.77	0.33
Tensile strength model (micro-voids)	255.08	0.14

FIGURES

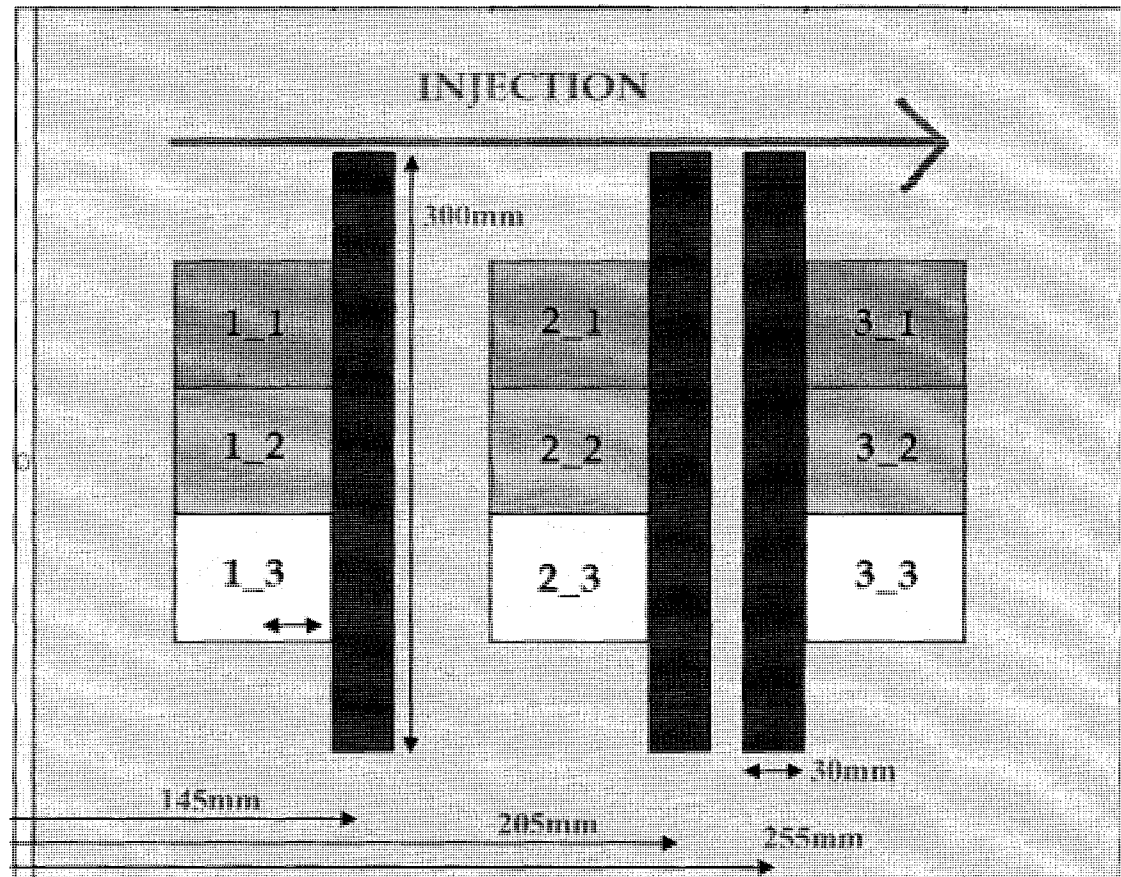


Figure 3.1. Position of specimens taken along the resin flow direction to evaluate void content and mechanical properties

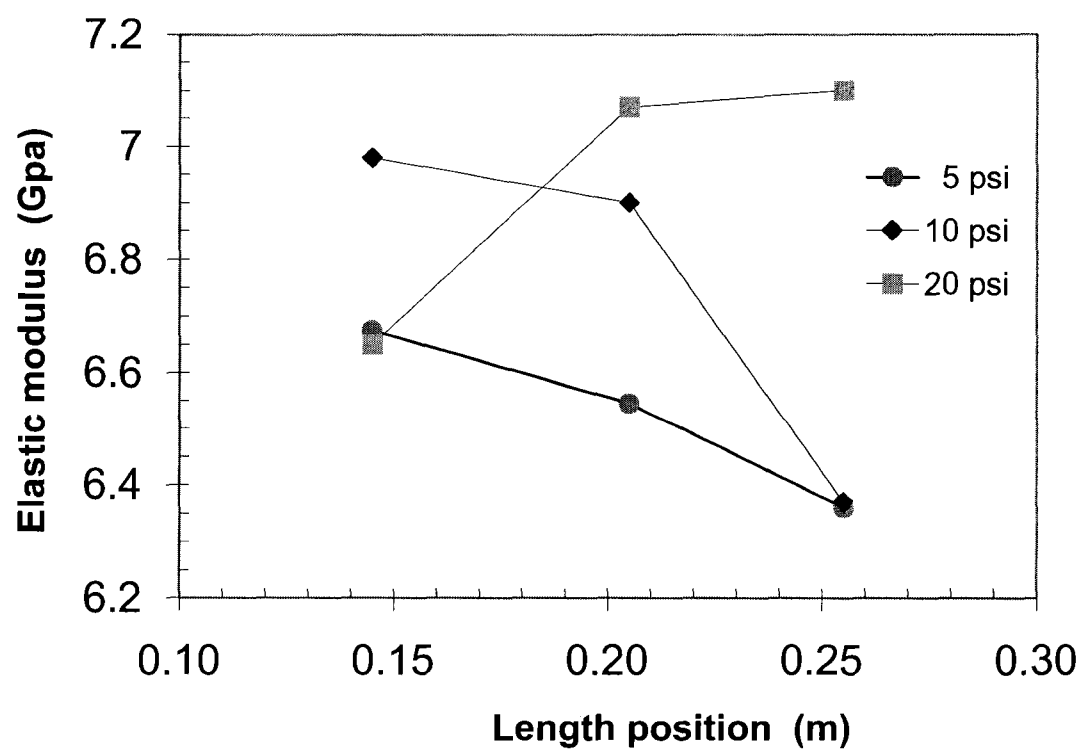


Figure 3.2. Variation of tensile modulus along the length for plates manufactured at different injection pressures.

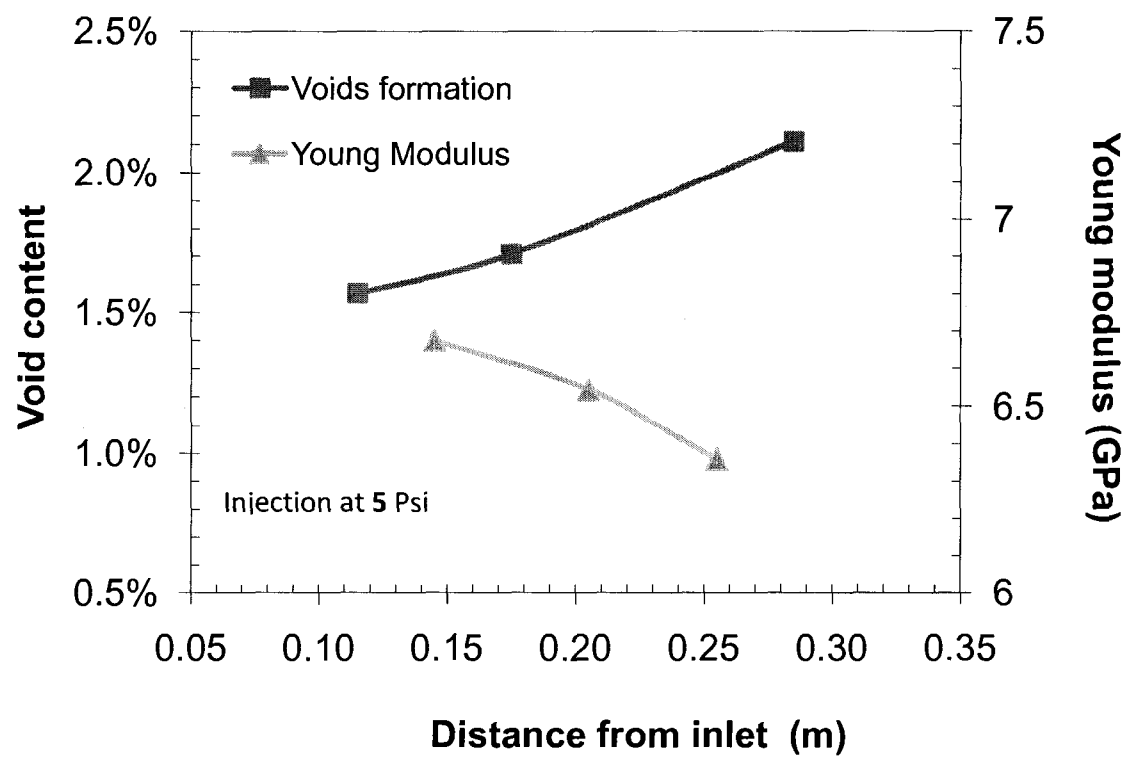


Figure 3.3. Distribution of void content and tensile modulus along the length of a RTM plate injected at 5 Psi.

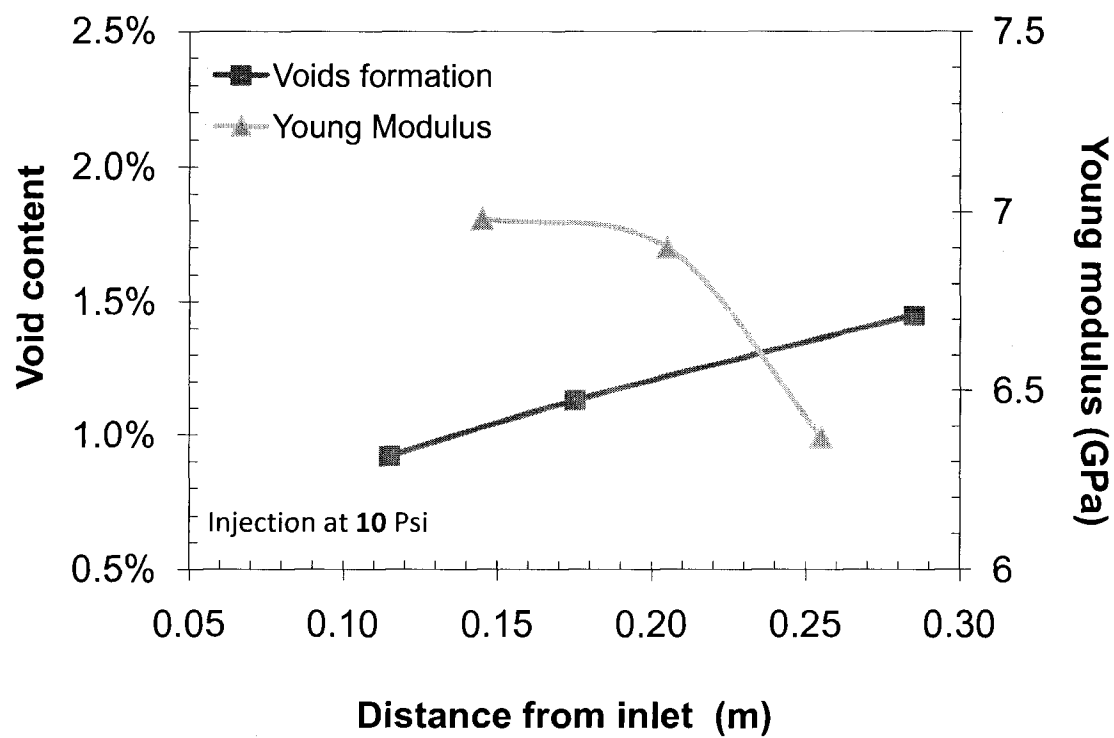


Figure 3.4. Distribution of void content and tensile modulus along the length of a RTM plate injected at 10 Psi.

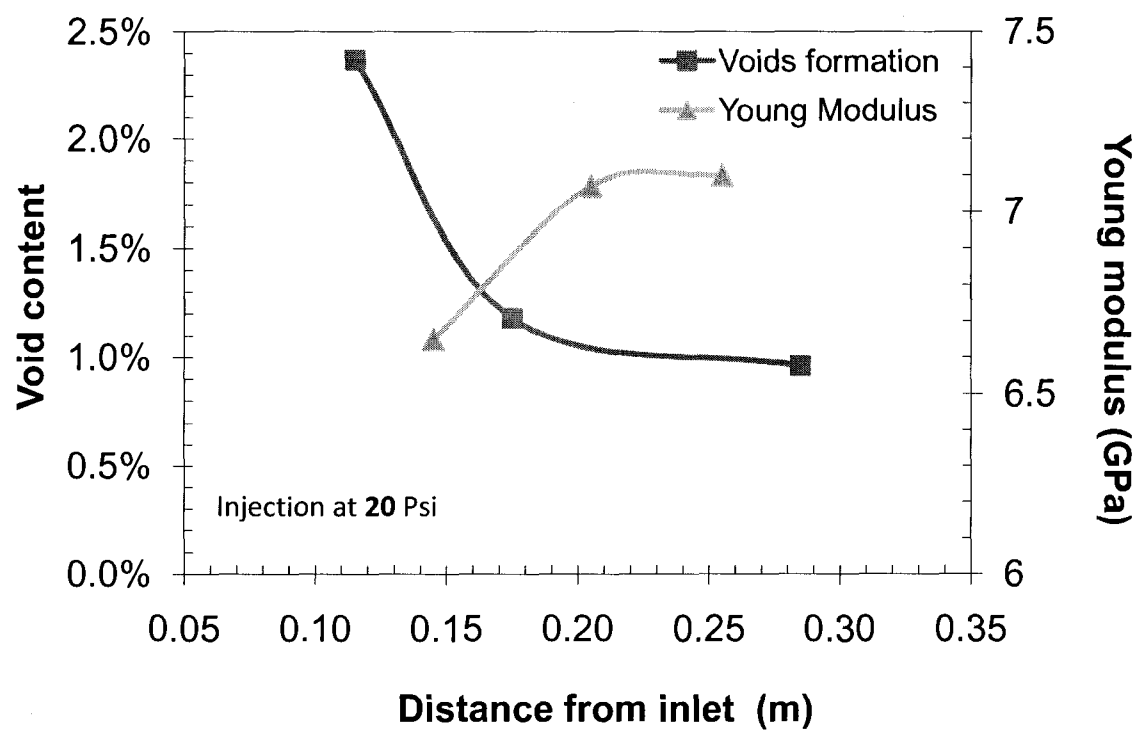


Figure 3.5. Distribution of void content and tensile modulus along the length of a RTM plate injected at 20 Psi.

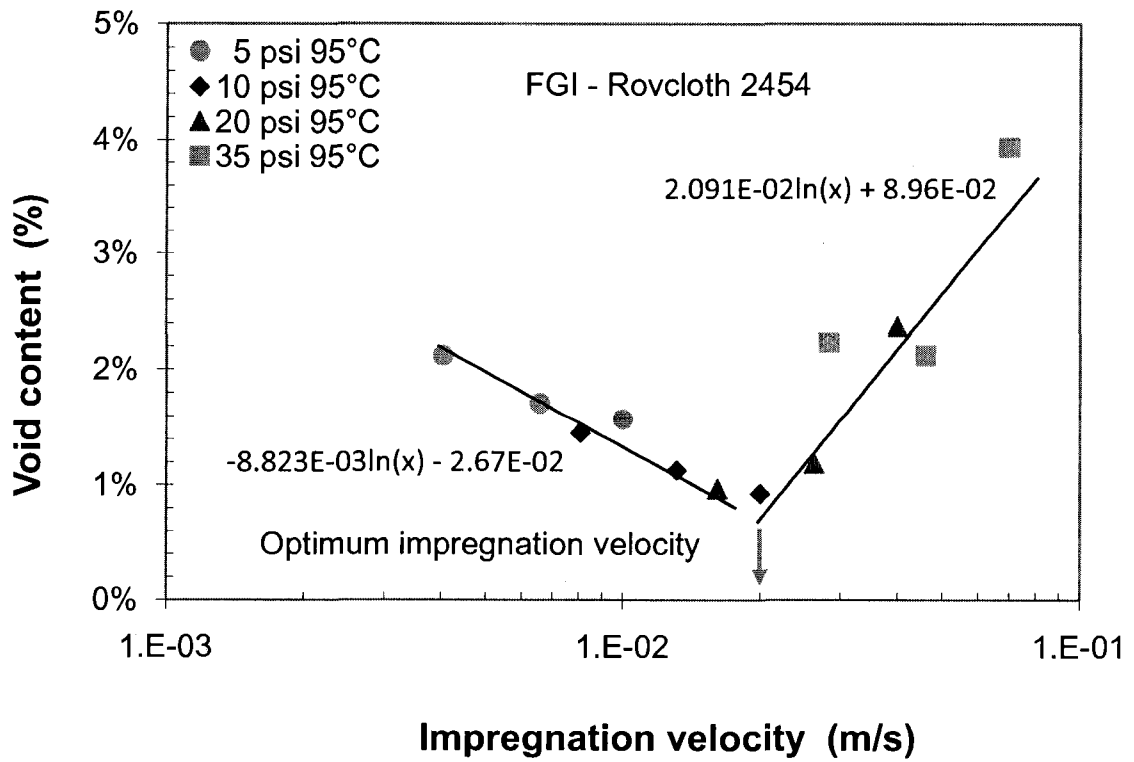


Figure 3.6. Distribution of void content as a function of impregnation velocity. An optimum impregnation velocity (around 2E-2m/s) minimizes the formation of macro and micro voids in the part.

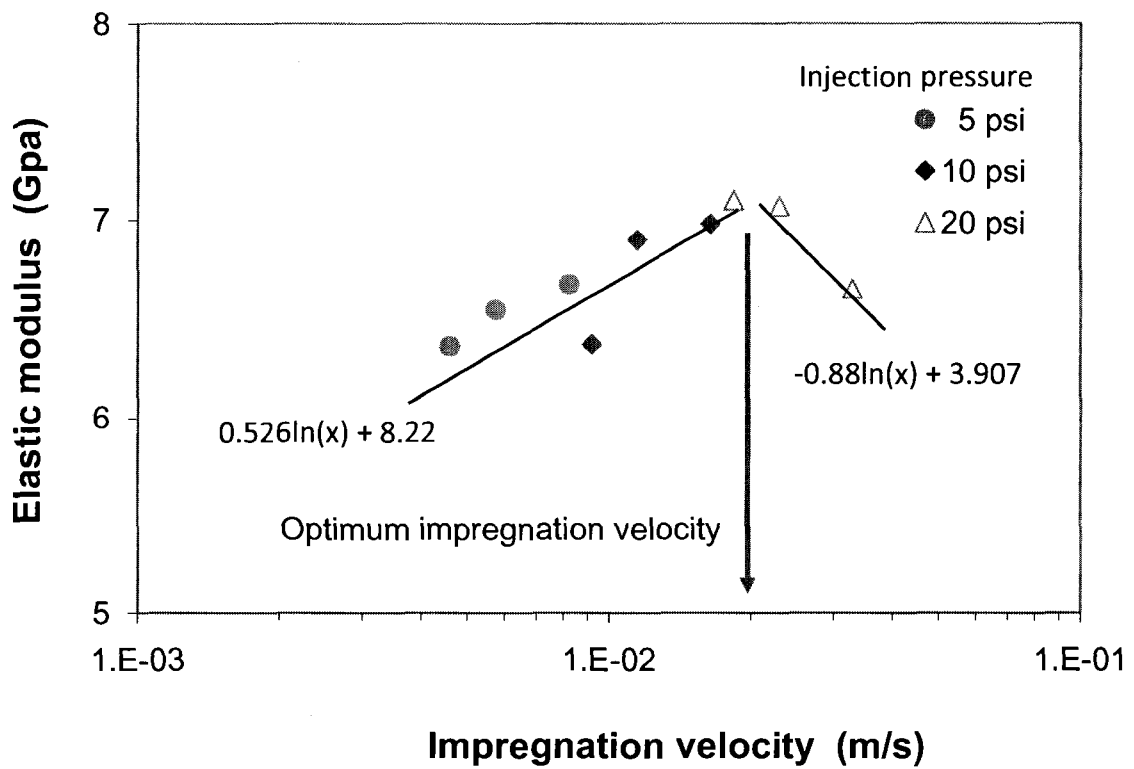


Figure 3.7. Variation in tensile modulus as a function of impregnation velocity. An optimum impregnation velocity exists (around 2E-2 m/s) so that tensile modulus is maximized.

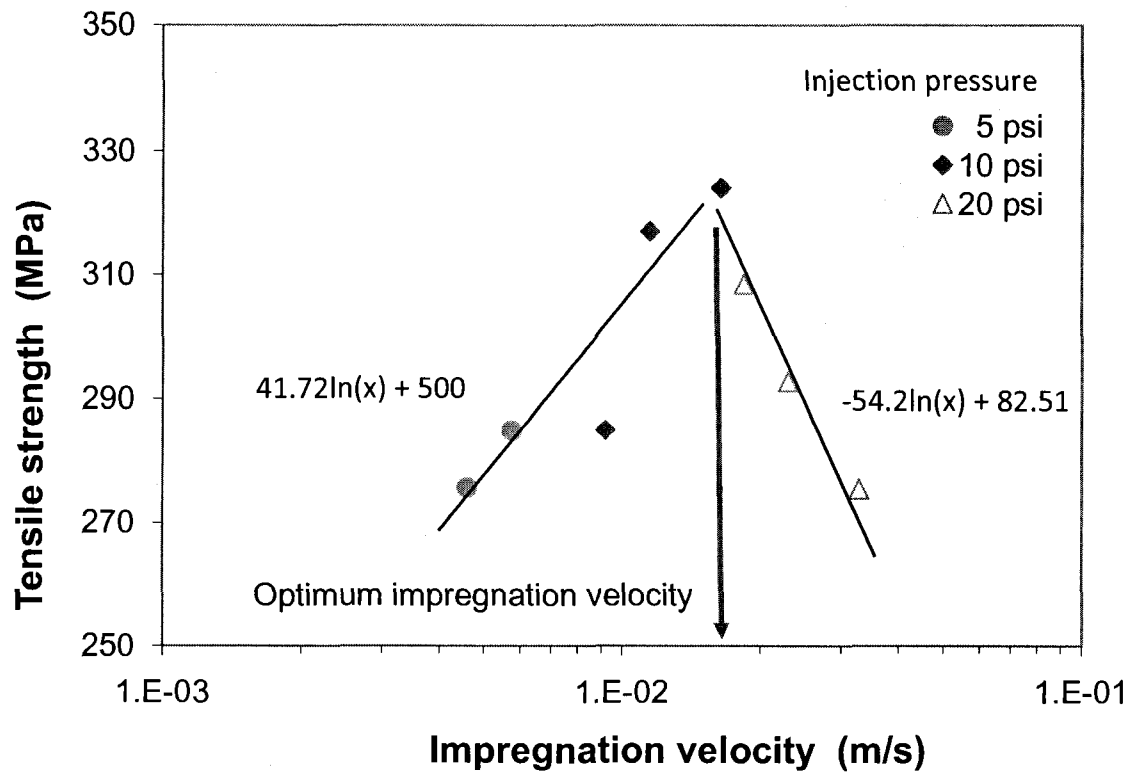


Figure 3.8. Variation in tensile strength as a function of the impregnation velocity. An optimum impregnation velocity exists (around 1.7E-2 m/s) so that tensile strength is maximized.

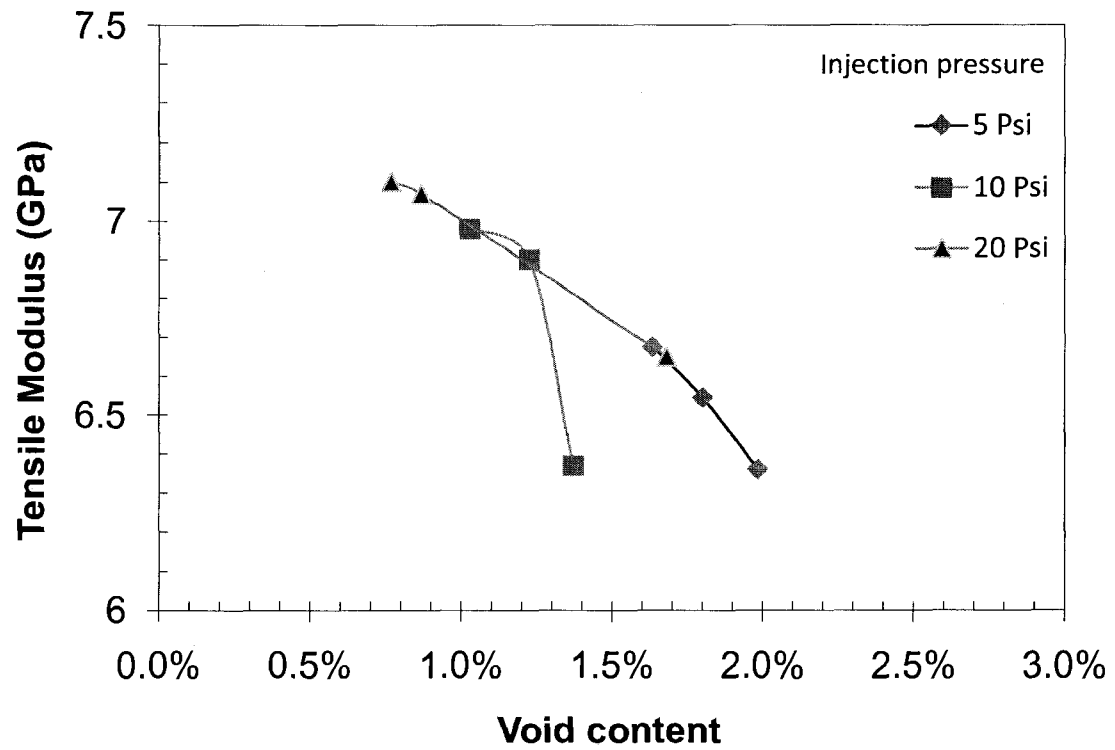


Figure 3.9. Relationship between tensile modulus and void content for plates manufactured at 3 different injection pressures.

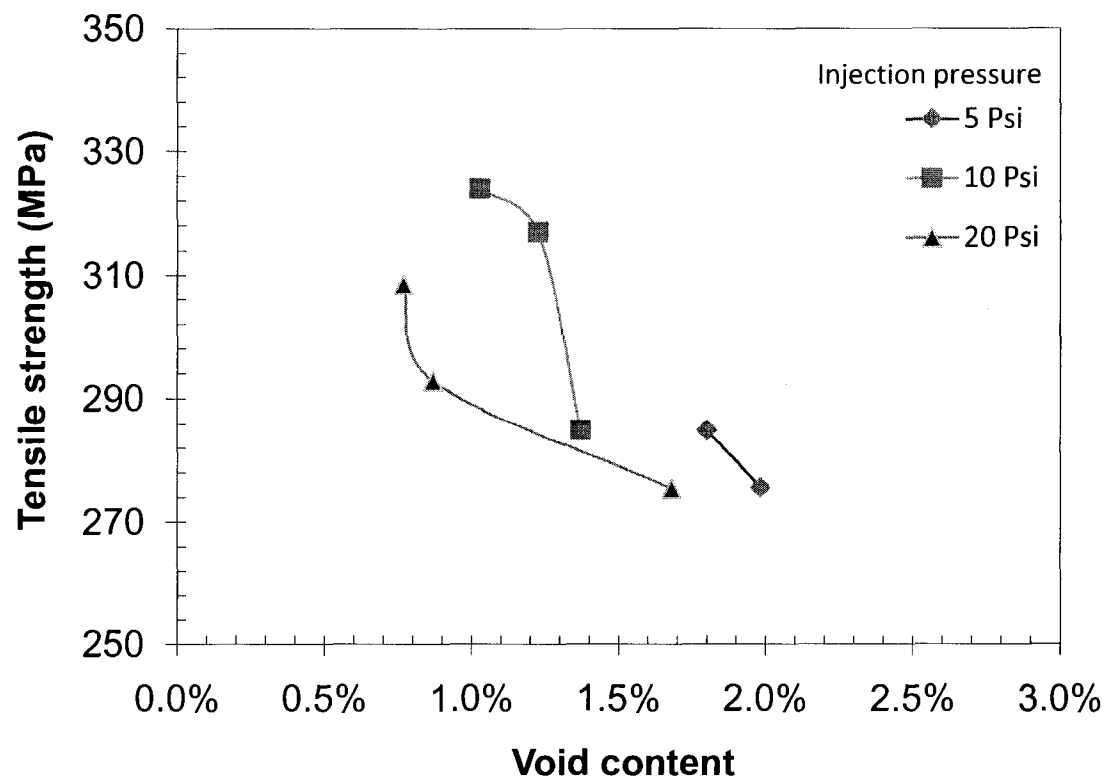


Figure 3.10. Relationship between tensile strength and void content for plates manufactured at 3 different injection pressures.

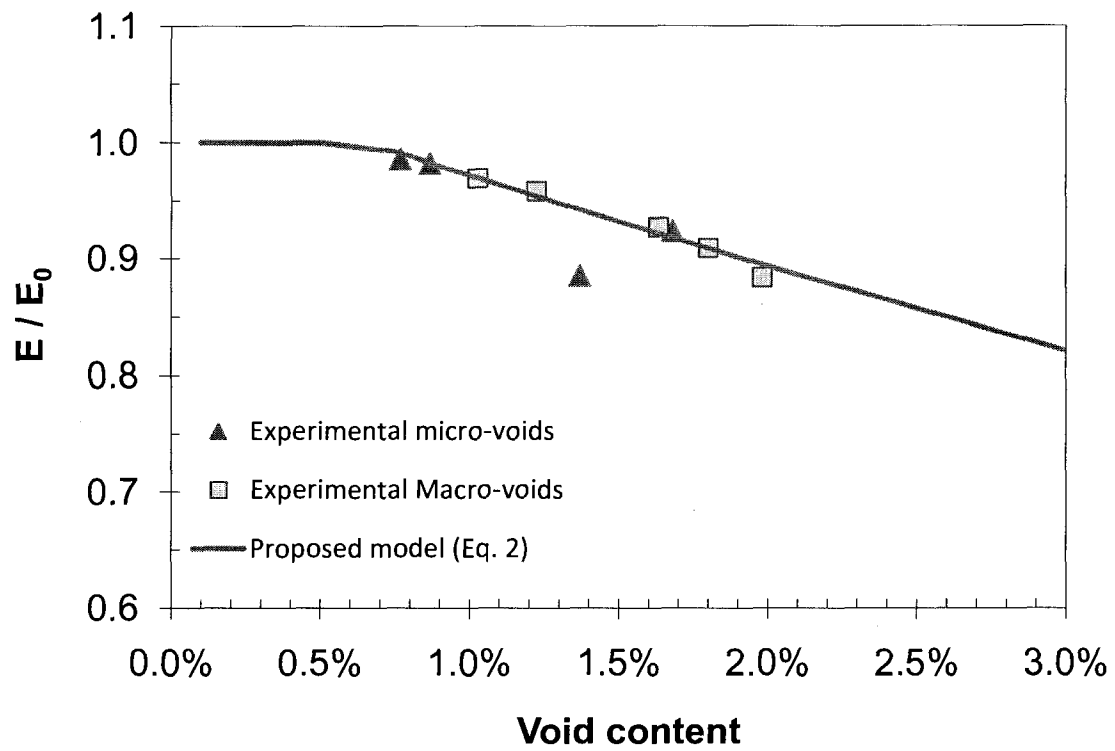


Figure 3.11. Comparison of predicted and measured diminution of tensile modulus $\frac{E}{E_0}$ as a function of void content. Data have been treated according to macro and micro voids as defined in Figures 3.6 and 3.7.

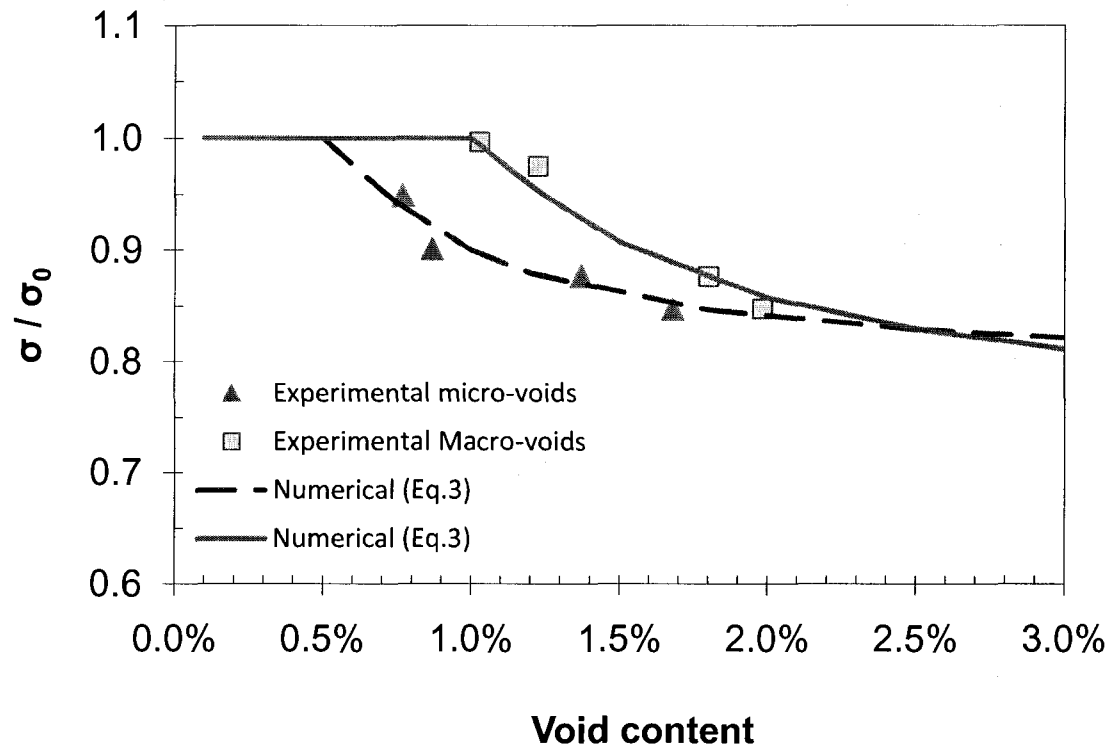


Figure 3.12. Comparison of predicted and measured diminution of tensile strength $\frac{\sigma}{\sigma_0}$ as a function of void content. Data have been treated according to macro and micro voids as defined in Figure 3.6 and 3.8.

CHAPITRE 4

DISCUSSION GÉNÉRALE

4.1 Discussion générale

L'objectif de ce mémoire de maîtrise était d'étudier le phénomène d'imprégnation d'un renfort fibreux et d'analyser l'influence des paramètres d'injection appliqués au procédé RTM. Lors de la phase d'injection, un renfort fibreux placé dans la cavité du moule est progressivement saturé par une résine injectée sous pression. Advenant une situation où le renfort n'est pas entièrement saturé, des défauts, nommés vides, affectent le fini de surface et la qualité globale de pièce. Ces vides, retrouvés sous forme de macro et micro porosités, sont des sources de contraintes résiduelles et ont un impact non négligeable sur les propriétés mécaniques du composite. La formation de vide peut être réduite en connaissant les paramètres qui régissent l'écoulement d'un fluide à travers un milieu poreux. En détenant une connaissance des paramètres tels que la pression capillaire de la résine, la porosité de la fibre utilisée et la vitesse locale du fluide, il est possible de fabriquer des pièces de haute qualité avec un minimum de défauts.

La première partie de cette étude portait sur la sélection des conditions d'injection appliquée au procédé RTM. La connaissance du phénomène d'imprégnation du renfort fibreux est primordiale afin de diminuer la formation de porosités. Il est démontré que la

formation de vides macroscopiques et microscopiques emprisonnés entre ou à l'intérieur des fibres est fonction de la pression capillaire de la résine, de la porosité des fibres et de la vitesse locale de la résine. Ainsi, il en découle une relation qui permet de relier la formation de vides à la vitesse de la résine et à la pression d'injection. Utilisant la loi de Darcy, qui régit un écoulement à travers un milieu poreux, il est possible d'approximer une vitesse optimale du front de résine afin de diminuer la formation de macro/micro vide durant l'imprégnation du renfort. Chacun des renforts utilisés a démontré l'existence d'une vitesse optimale d'imprégnation propre à son tissé et à sa porosité. Une étude comparative entre une injection à pression constante et à débit constant a permis de prouver l'importance des conditions d'injections. Tel que présenté, le choix judicieux des conditions d'injection permet de minimiser le temps de cycle d'une pièce fabriquée par le procédé RTM tout en conservant une qualité exemplaire et un temps de cycle optimal.

La suite de cette recherche s'est orientée sur la démonstration du lien intime entre la formation de vides et les propriétés mécaniques. En se basant sur certaines conclusions de la partie 1 de cette étude, une corrélation a été étudiée entre le pourcentage de vides, généralement formés lors de la phase d'injection, les propriétés mécaniques résultantes. Suivant un plan expérimental mesurant l'effet d'une injection à pression constante, une analyse sur l'effet de cette pression sur la formation de macro/micro a démontré un effet non négligeable sur les propriétés mécaniques en traction du composite. Comme suite à

ces mesures, un modèle numérique a été développé à l'aide des résultats expérimentaux. Ce modèle permet de prédire la diminution des propriétés mécaniques en fonction du taux de porosités formées pendant l'injection d'une pièce RTM.

CONCLUSION

Ce travail de recherche a servi à démontrer l'importance des conditions d'injection en RTM et du phénomène d'imprégnation d'un renfort fibreux afin de produire des pièces composites de haute qualité. La connaissance de la vitesse locale de la résine lors de l'imprégnation d'un milieu poreux est la clé afin de minimiser la formation de vides et ainsi, maximiser les propriétés mécaniques de la pièce fabriquée. Étant une variable d'une grande importance, elle se doit d'être optimisée pour chacun des renforts utilisés. Suite à une étude expérimentale conduite sur plusieurs renforts, il est aussi vrai d'affirmer que la pression d'injection de la résine à travers un milieu poreux, joue un rôle déterminant afin d'obtenir des pièces avec un minimum de défauts. Autre la vitesse locale de la résine et la pression d'injection, la connaissance de la porosité des fibres, la viscosité de la résine et la tension de surface sont des facteurs tout aussi importants à considérer lors de la définition d'une injection RTM.

Pour arriver à ces conclusions, une étude expérimentale a été réalisée sur quatre différents types de renforts qui ont démontré l'unicité de cette vitesse d'imprégnation propre à chaque type de renfort. Que ce soit l'utilisation du procédé autoclave ou tout autre procédé appartenant à la famille des LCM, les porosités formées lors de la fabrication des pièces composites sont à minimiser afin d'améliorer la durée de vie en fatigue.

Les travaux futurs qui résultent de ce mémoire portent essentiellement sur l'injection à débit contrôlé afin d'optimiser l'imprégnation d'un renfort placé dans un moule à géométrie variable. Tel que démontré par ce travail, la maîtrise de la vitesse d'injection est la clé pour obtenir des pièces composites de hautes qualités. Il serait aussi intéressant de voir si les relations développées au cours de cette recherche sont applicables avec d'autres types de fibre, telles les fibres de carbone, aramide et les fibres naturelles. Finalement, une étude non-isotherme pourrait élargir le champ d'application de cette recherche.

ANNEXE**PROCÉDURE POUR LA MESURE DES TAUX DE VIDE**

Procédure qui utilise la norme ASTM D792, D3171 et D2534. Le taux de vide dans une plaque composite est calculé à partir de la densité de la résine, des fibres et du composite.

Mesure du taux de vide d'une plaque de matériau composite à l'aide du kit de densité Sartorius YDK-01

Procédure d'utilisation

1. PERSONNES RESSOURCES

Les personnes ressources pour l'utilisation du kit de densité sont :

Catherine Billotte	poste 4763	catherine.billotte@polymtl.ca
Christian-Charles Martel	poste 4003	christian-charles.martel@polymtl.ca

2. RÈGLES ET NOTES IMPORTANTES

2.1 Règles générales de laboratoire

- Aucune nourriture ou boisson n'est permise dans le laboratoire.
- **Les heures d'utilisation de l'appareil sont de 9h30 à 17h30.**
- **Si c'est la première fois que vous utilisez l'appareil, vous devez obligatoirement prendre rendez-vous avec la responsable du laboratoire.**
- Toujours aviser l'une des deux personnes ressources que vous allez utiliser le kit de densité.
- Il est interdit d'emporter les documents de l'appareil hors du laboratoire, de même que tous les accessoires s'y rattachant.
- Il est interdit de déplacer l'appareil et d'emprunter ces accessoires.
- L'appareil ne peut être utilisé pour un usage autre que celui pour lequel il a été conçu.

2.2 Enregistrement des données et registre d'utilisation

- n/a

2.3 Calibration de l'appareil

- n/a

2.4 Règle propres à l'utilisation au kit de densité

- Toujours manipuler les éléments composant le kit de densité avec grand soin.
- Une fois les mesures finies, toujours enlever le kit de densité de la balance et le ranger soigneusement.

3. DESCRIPTION DE L'APPAREIL DE MESURE

3.1 Description générale de la mesure du taux de vide d'une plaque composite

La mesure du taux de vide décrite dans ce document se base sur les normes ASTM D792, D3171 et D2534. Le taux de vide dans une plaque composite est calculé à partir de la densité de la résine, des fibres et du composite. De manière générale, il s'agit de :

1. Mesurer la masse de l'échantillon dans l'air et dans l'eau (norme ASTM D792).
2. Déterminer le taux de fibres dans l'échantillon par pyrolyse (norme ASTM D3171).
3. Mesurer le taux de vide (norme ASTM D2584).

Note : Dans le cas de plaques composites faites à partir de renforts en fibres de verre, la résine se dégrade totalement par pyrolyse et seule les fibres restent.

3.2 Description du kit de densité Sartorius YDK-01

La Figure 1 montre le détail du kit de densité, lequel est monté sur la balance Sartorius CP 225D. De manière générale, le plateau de la balance est retiré et une structure est mise en place. Cette structure sert uniquement à porter l'échantillon dont on mesure la masse. Pour les essais de densité dans l'eau, un b cher repose sur un pont m tallique, lequel ne touche pas   la structure et donc n'influence aucunement la mesure de la masse.

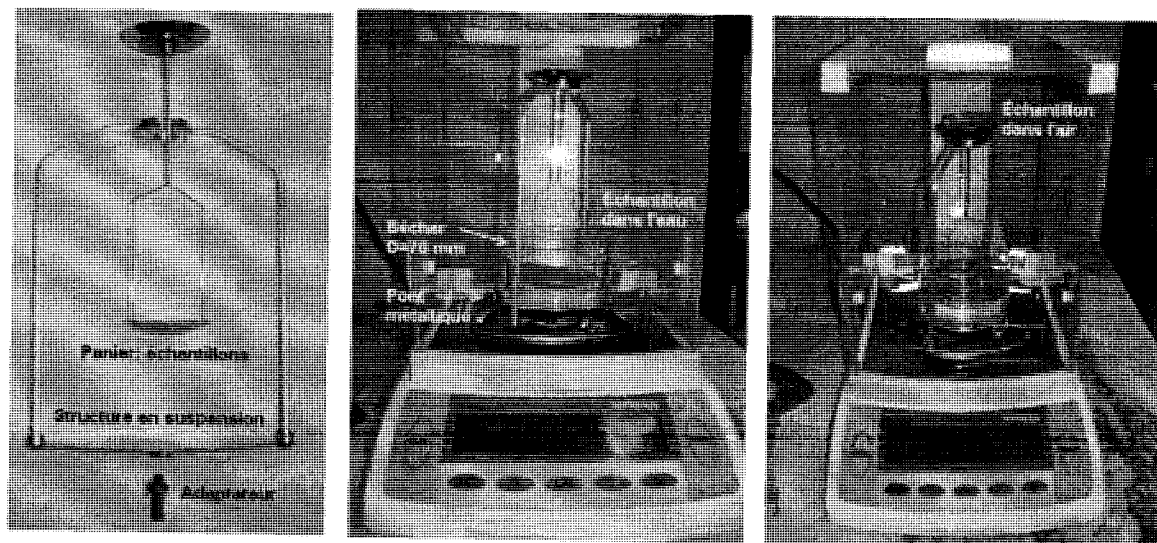


Figure 1 Les divers éléments composant le kit de densité

Le détail des différents éléments du kit de densité est présenté aux pages 2 et 3 du manuel d'utilisation, lequel est disponible sur le serveur à l'emplacement suivant :

...\LAB\Public\appareils\Balance_Sartorius_CP225D_et_kit_de_densite\manuels

4. LIMITES D'UTILISATION ET PRÉCISION

Tableau 1 Spécifications de la balance Sartorius CP 225D

Item	Spécification
Capacité de pesée (g)	40 / 80 / 220
Lecture (mg)	0.01 / 0.01 / 0.1
Minimum de mise à zéro (<i>tare range subtractive</i>) (g)	-220
Répétabilité ($\leq \pm$ mg)	0.02 / 0.05 / 0.1
Linéarité	0.03 / 0.1 / 0.2
Temps de réponse moyen (s)	$\leq 12 / 3$
Températures opérationnelles (°C)	10 à 30

Tableau 2 Spécifications du kit de densité Sartorius YDK 01

Item	Spécification
Adaptateur	Ø 12 mm, hauteur 25,5 mm
Béchers	Ø 76 mm, Ø 55 mm

5. MÉTHODE

5.1 Mise en place du kit de densité

La Figure 2 illustre les différentes étapes de mise en place du kit de densité sur la balance Sartorius CP 225D. La mise en place doit se faire de la manière suivante :

1. Enlever le plateau de la balance.
2. Visser l'adaptateur sur le support (appelé aussi structure) du montage.

3. Ouvrir la fenêtre située sur le dessus du cabinet de la balance et placer le support sur l'élément de pesée situé au centre de la balance.
4. Mettre en place le pont métallique. Ce dernier doit être placé à 90° par rapport au support tel que montré à la Figure 2. Ce pont métallique doit toujours être en place lors de l'utilisation du bécher lors des mesures de densité.
5. Mettre en place le bécher de 76 mm de diamètre, le thermomètre (clip) et le panier pour les échantillons. Le thermomètre ne doit toucher ni les parois ni le fond du bécher.

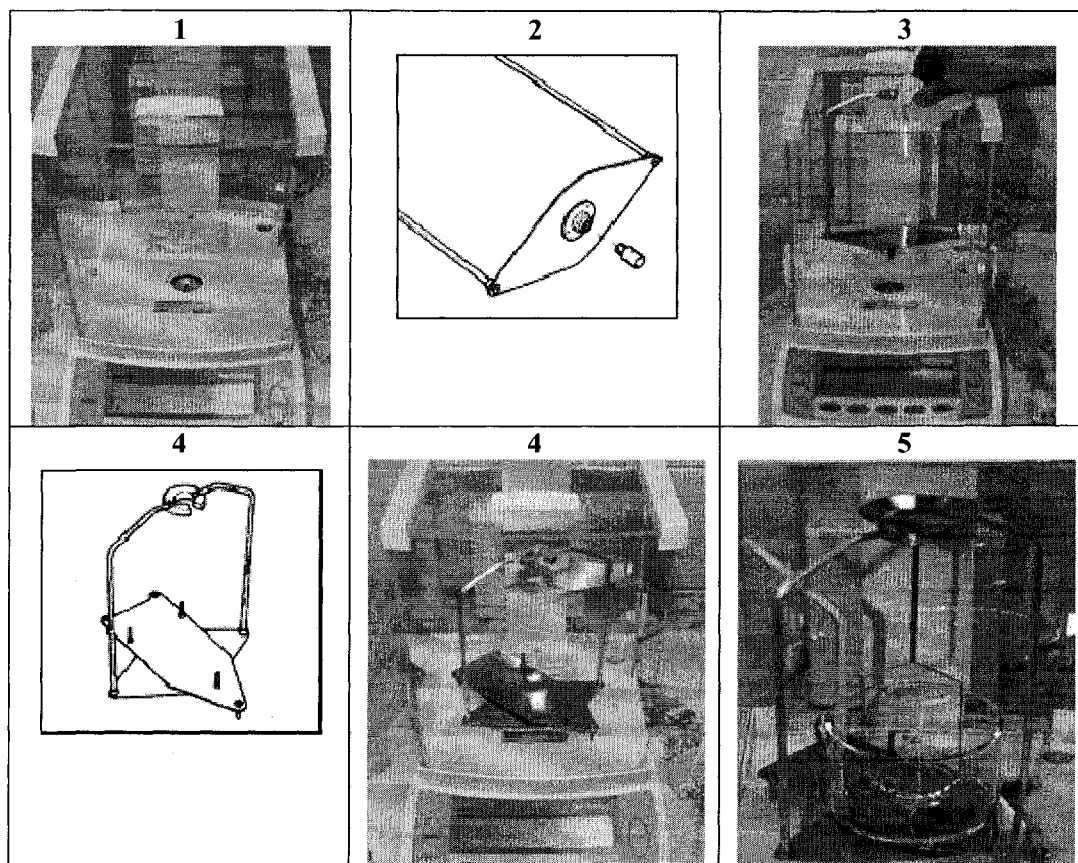


Figure 2 Mise en place des différents éléments composant le kit de densité. Les numéros correspondent aux différentes étapes décrites dans le texte.

5.2 Enregistrement des mesures

Une feuille d'enregistrement des mesures est disponible en format Microsoft Word à l'emplacement suivant :

...\\LAB\\Public\\appareils\\Balance_Sartorius_CP225D_et_kit_de_densite\\manuels

5.3 Mesure de la densité des échantillons solides de résine et de composite

LES GANTS DE LABORATOIRE SONT OBLIGATOIRES POUR TOUTES LES MANIPULATIONS AFIN D'ÉVITER TOUT DÉPÔT D'HUILE OU DE SALETÉ SUR LES CREUSET OU LES ÉCHANTILLONS.

5.3.1 Caractéristiques et conditionnement des échantillons

Taille et localisation des échantillons sur la plaque

Les différents échantillons sont récoltés sur des plaques fabriquées de matériau composite. Un échantillon de résine pure, soit exempt de fibres, doit être recueilli au point d'injection de la plaque. Les échantillons du composites sont recueillis à différents endroits précis et prédéfinis par le plan d'expérience sur la plaque.

Tous les échantillons doivent avoir une masse située typiquement entre 1 et 5 grammes¹ et une superficie minimale de 1 cm². Une superficie autour de 6.5 cm² (1 po²) est recommandée. Les échantillons doivent avoir une masse et superficie homogène les uns par rapport aux autres.

Conditionnement

Les échantillons doivent être soumis à un conditionnement de $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ et $50 \pm 5 \%$ d'humidité relative pendant 40 heures au minimum avant de procéder aux expériences.

Conditions expérimentales

Les essais doivent être fait en laboratoire sous atmosphère standard de $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ et $50 \pm 5 \%$ d'humidité relative.

¹ La masse peut aller jusqu'à 50 g pour certains plastiques (ASTM D792)

5.3.2 Préparation des échantillons

1. Découper l'échantillon à l'aide d'une scie à diamant puis en polir les contours à l'aide d'une sableuse rotative afin que ses bords soient nets. Les échantillons doivent être parfaitement propres.
2. Peser les échantillons au 0.1 mg près. Cette masse est la masse de l'échantillon humide (M_{RH} pour la résine brute et M_H pour l'échantillon composite).
3. Placer les échantillons dans des petits creusets de céramique bien identifier et les sécher dans le four à une température de 45°C pendant 2 jours (conditionnement). Il y a un seul échantillon par creuset.
4. Une fois la durée du conditionnement écoulée, enlever les creusets du four et laisser les refroidir dans un dessiccateur sous vide à une pression relative de -85 Pa pendant 30 minutes.

5.3.3 Mesure de la densité dans l'air

1. Mettre en place le kit de densité de la manière décrite à la section 5.1 sans le bécher (étape 5).
2. Mettre l'échantillon dans le panier supérieur du kit de densité
3. Peser chacun des échantillons au 0.1 mg près et noter les masses (M_{RA} pour la résine brute et M_A pour l'échantillon composite).

5.3.4 Mesure de la densité dans l'eau

1. Remplir au $\frac{3}{4}$ le bécher de 76 mm de diamètre d'eau distillée tel que démontré à la Figure 3 (eau distillée au local A-377). Pencher légèrement le bécher lors du remplissage, lequel se fait contre la paroi afin d'éviter la formation de bulles d'air.



Figure 3 Remplissage du bécher avec de l'eau distillée provenant du robinet situé au local A-377.

2. Fixer le thermomètre au bécher, mesurer et noter la température stabilisée de l'eau (T_0).
3. Mettre en place le bécher sur le pont métallique (étape 5, Figure 2) tel que décrit à la section 5.1. Le panier inférieur du kit de densité est immergé dans l'eau du bécher.
4. Mettre l'échantillon dans le panier dans le bécher (voir Figure 4) et noter sa masse dans l'eau (M_{RW} pour la résine brute et M_W pour l'échantillon composite).
 - a. Avant de peser les échantillons, les mouiller au préalable avec de l'eau distillée de manière à éviter la formation de bulles d'air dans l'eau.
 - b. Lors de l'immersion de l'échantillon dans le bécher, l'immerger en le mettant à la verticale puis l'incliner progressivement pour l'amener à plat dans le panier. Ceci évite la formation de bulles d'air.
 - c. Enlever toutes les bulles d'air avant la pesée à l'aide d'une pince ou tige métallique avant de noter la masse.

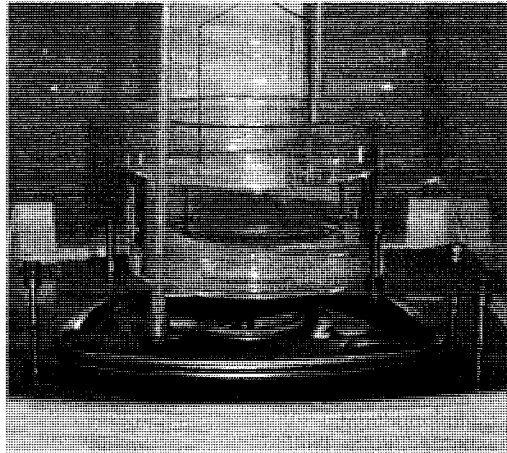


Figure 4 Échantillon reposant sur le panier du support immergé dans un bécher rempli d'eau distillée

5.4 Mesure de la densité des fibres présentes dans le composite

LES GANTS DE LABORATOIRE SONT OBLIGATOIRES POUR TOUTES LES MANIPULATIONS AFIN D'ÉVITER TOUT DÉPÔT D'HUILE OU DE SALETÉ SUR LES CREUSET OU LES ÉCHANTILLONS.

1. Chauffer les creusets de céramique vides (voir section 5.2.2) dans un four à une température de 550°C pendant 10 minutes. Cette étape est un conditionnement (ou stérilisation) des creusets et permet donc de les débarrasser de toute poussière ou saleté.
2. Retirer les creusets du four. Utiliser pour cela des gants d'amiante et une pince métallique.
3. Placer et laisser refroidir les creusets dans un dessiccateur sous vide à une pression relative de -85 Pa pendant 30 minutes.
4. Enlever toutes les saletés et poussières des creusets

5. Prenez soin de bien identifier les creusets puis les peser au 0.1 mg près. Noter les masses des creusets (M_C).
6. Placer les échantillons dans les creusets puis mettez ces derniers dans le four.
7. Programmer le four de manière à ce que sa température monte jusqu'à 550°C et qu'il y ait un maintien pendant 2 heures à cette température.
8. Retirer les creusets du four. Utiliser pour cela des gants d'amiante et une pince métallique.
9. Placer et laisser refroidir les creusets dans un dessiccateur sous vide à une pression relative de -85 Pa pendant 1 heure.
10. Peser les creusets contenant les fibres au 0.1 mg près et noter les masses (M_{CF}).

5.5 Calculs des densités et du taux de vide

5.5.1 Densité de la matrice (résine)

La densité de la matrice (ρ_M) se calcule de la manière suivante :

$$\rho_M = \frac{M_{RA}(\rho_{eau@T_0} - \rho_{air})}{\rho_{eau@T_0}(M_{RA} - M_{RW})C} + \rho_{air}$$

où M_{RA} est la masse de la résine dans l'air, M_{RW} la masse de la résine dans l'eau, $\rho_{eau@T_0}$ la densité de l'eau à la température de mesure et ρ_{air} la densité de l'air.

5.5.2 Densité du composite

La densité du composite (ρ_c) se calcule de la manière suivante :

$$\rho_c = \frac{M_A \cdot (\rho_{eau@T_0} - \rho_{air})}{(M_A - M_W) \cdot C} + \rho_{air}$$

où ρ_c est la densité de la résine, M_A est la masse du composite dans l'air, M_W la masse du composite dans l'eau, $\rho_{eau@T_0}$ la densité de l'eau à la température de mesure, ρ_{air} la densité de l'air et C un facteur de correction pour le matériel utilisé, lequel se calcule de la manière suivante :

$$C = 1 - 2 \frac{d^2}{D^2} = 0.99983$$

où d est le diamètre des fils du panier (0.70 mm) et D le diamètre du b cher (76 mm).

5.5.3 Taux de vide

Le taux de vide (X_v) se calcule de la manière suivante :

$$X_v = \frac{\rho_{th} - \rho_c}{\rho_{th}}$$

O  X_v est le taux de vide, ρ_c la densité du composite et ρ_{th} la densité théorique, laquelle se calcule de la manière suivante :

$$\rho_{th} = \frac{\rho_F \rho_M}{\rho_F (1 - W_F) + \rho_M W_F}$$

Où ρ_M est la densité de la matrice, ρ_F la densité des fibres et W_F la fraction massique des fibres, exprimée par :

$$W_F = \frac{(M_{CF} - M_C)}{M_A}$$

où M_{CF} est la masse du creuset avec les fibres, M_C la masse du creuset vide et M_A la masse du composite dans l'air. La fraction volumique des fibres (V_F) avec le vide se calcule de la manière suivante :

$$V_F = W_F \frac{\rho_C}{\rho_F}$$

Pour calculer la fraction volumique des fibres sans le vide, il suffit de remplacer ρ_C par ρ_{th} .

Les calculs se font de manière automatique à l'aide d'une feuille de calcul Microsoft Excel, disponible sur le serveur à l'emplacement suivant :

...\LAB\Public\appareils\Balance_Sartorius_CP225D_et_kit_de_densite\logiciels

Les éléments à entrer dans la feuille de calcul sont : M_H , M_A , M_W , M_{RH} , M_{RA} , M_{RW} , M_C , M_{CF} et T_0 . La table de densité de l'eau en fonction de sa température (T_0) se trouve dans cette feuille et le calcul se fait automatiquement à partir de la valeur de température T_0 .

6. RÉFÉRENCES

- Manuel d'utilisation de la balance Sartorius CP 225D
- Manuel d'utilisation du kit de densité Sartorius YDK-01
- Feuille de prise de données : Feuille_enregistrement_mesures.doc
- Feuille de calcul : Calculs_automatiques-Taux_de_vide.xls